



MINISTERE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

NUMERO DE PUBLICATION : 1011688A5

NUMERO DE DEPOT : 09701011

Classif. Internat. : A61K

Date de délivrance le : 07 Décembre 1999

Le Ministre des Affaires Economiques,

Vu la Convention de Paris du 20 Mars 1883 pour la Protection de la propriété industrielle;

Vu la loi du 28 Mars 1984 sur les brevets d'invention, notamment l'article 22;

Vu l'arrêté royal du 2 Décembre 1986 relatif à la demande, à la délivrance et au maintien en vigueur des brevets d'invention, notamment l'article 28;

Vu le procès verbal dressé le 11 Décembre 1997 à 11H20 à l'Office de la Propriété Industrielle

ARRETE :

ARTICLE 1.- Il est délivré à : GC CORPORATION
no. 76-1 Hasunuma-cho, Itabashi-Ku, TOKYO(JAPON)

représenté(e)(s) par : Mr.MODRIE, NOVAMARK & VIGNERON, Boulevard du Souverain 7 - B
1170 BRUXELLES.

un brevet d' invention d' une durée de 20 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : COMPOSITION A BASE DE SILICONE POUR SCHELLEMENTS PROVISOIRES EN DENTISTERIE.

INVENTEUR(S) : Kamohara Hiroshi, no. 76-1 Hasunuma-cho, Itabashi-Ku, Tokyo (JP); Hinoura Ko, 4-36-10 Saginomiya, Nakano-Ku, Tokyo (JP); Komoto Makiko, no. 76-1, Hasunuma-cho, Itabashi-Ku, Tokyo (JP)

PRIORITE(S) 11.12.96 JP JPA34651796

ARTICLE 2.- Ce brevet est délivré sans examen préalable de la brevetabilité de l'invention, sans garantie du mérite de l'invention ou de l'exactitude de la description de celle-ci et aux risques et périls du(des) demandeurs(s).

Bruxelles, le 07 Décembre 1999
PAR DELEGATION SPECIALE :


L. WUYTS
CONSEILLER

Composition à base de silicone pour scellements provisoires en
dentisterie.

5

L'invention concerne une composition à base de silicone pour
scellements provisoires en dentisterie, utilisée à des fins d'obturation
provisoire de la cavité dentaire après avoir procédé à une
préparation cavitaire en dentisterie.

10

Arrière-plan technologique.

15

Lorsque l'on restaure des lésions carieuses avec de
l'amalgame d'argent en thérapie dentaire, on procède au
scellement temporaire de la cavité dentaire, après la préparation
cavitaire, à l'aide d'un matériau de scellement provisoire. A cette fin,
les précautions à prendre sont les suivantes : empêcher tout corps
étranger de pénétrer dans la cavité, éviter tout stimulus venant de
l'extérieur, prévenir tout risque de contamination de la surface
dentinaire et préserver la relation occlusale jusqu'à la dépose de
l'amalgame d'argent. Parmi les caractéristiques dont matériau de
scellement provisoire devrait bénéficier, citons : de bonnes propriétés
de restauration; il s'enlève est très rapidement, il possède une certaine
résistance; et une facilité de mise en oeuvre pour scellement
provisoire. Des exemples de matériaux de scellement provisoire utilisés
aujourd'hui contiennent des agents d'obturation thermoplastiques
renfermant de la gutta-percha comme matériau principal, des
eugénolates, des matériaux hydrauliques de scellement provisoire,
ainsi que des matériaux à base de résine. Même si les agents
d'obturation présentent une très grande dureté et peuvent être très
facilement extraits, ils nécessitent non seulement un traitement

25

30

thermique afin de les ramollir, mais également de l'adresse quand il s'agit d'obturer la cavité car, si on n'arrive pas à les placer en un temps donné, leurs propriétés de scellement deviennent très faibles. Bien que les eugénolates soient des matériaux présentant des propriétés de scellement supérieures, comme leurs produits polymérisés sont fragiles, leur enlèvement est compliqué. De même, si des fragments d'eugénolates adhèrent et restent dans les dents lorsque l'on procède à une prise d'empreinte avec un matériau d'empreinte à base de silicone, ils sont susceptibles de retarder la polymérisation du matériau d'empreinte. Bien que les matériaux hydrauliques de scellement provisoire se présentent sous la forme d'une pâte, s'ils durcissent grâce à l'humidité de la cavité buccale, et s'ils se manient mieux lors de l'obturation grâce à la nature même de la pâte, au même titre que les ciments oxyde de zinc-eugénol, leurs produits polymérisés sont fragiles et donc l'enlèvement est compliqué. En outre, bien que la mise en oeuvre des matériaux de scellement provisoire à base de résine soit excellente, les caractéristiques sont différentes selon les produits; leurs produits polymérisés sont généralement durs et cassants, ce qui rend leur enlèvement difficilement praticable. Dans ce cas, si certains produits peuvent être mieux maniés à l'enlèvement en les ramollissant un peu, on ne peut dire qu'ils conviennent totalement. De plus, on a utilisé ces dernières années un nouveau procédé de restauration afin de tapisser et de protéger la surface dentinaire après la préparation cavitaire. On procède dans un premier stade à un revêtement de la surface dentinaire de la cavité à base de résine en une couche présentant une très grande fluidité, et on y introduit alors le matériau de scellement provisoire, en effectuant ainsi le scellement provisoire. Cependant, lors de ce procédé de scellement, on ne peut pas employer de matériaux à base de résine. Si l'on devait en utiliser, la

résine adhérerait au matériau de scellement provisoire et ce dernier ne pourrait plus être extrait. Les matériaux de restauration utilisés aujourd'hui ne satisfont pas complètement aux caractéristiques décrites ci-dessus, c'est-à-dire qu'ils présentent de bonnes propriétés de scellement; on peut les extraire rapidement; ils possèdent une certaine résistance, et leur mise en oeuvre à des fins de scellement est simple. En particulier, il est un fait à l'heure actuelle que de nombreux produits posent un problème lors de leur enlèvement, tandis que ceux que l'on enlève rapidement présentent de médiocres propriétés de scellement.

Résumé de l'invention

Dans de telles circonstances, la présente invention propose un matériau de scellement provisoire qui ne nécessite pas d'opérations délicates comme le chauffage, qui présente une telle dureté qu'il est à même de résister à une forte pression des mâchoires, qui a de bonnes propriétés de scellement, s'enlève rapidement, et même si la cavité est provisoirement tapissée avec de la résine, ne réagit pas et n'adhère pas non plus à la résine. La facilité d'enlèvement de la cavité dépend de la présence ou de l'absence de cassure au moment où l'on extrait le matériau de scellement provisoire ainsi que de la forte adhésion à la cavité, c'est-à-dire que si le matériau est fissuré et si son pouvoir d'adhésion à la cavité est faible, l'enlèvement est facile. D'un autre côté, même si le matériau de scellement provisoire n'est pratiquement pas fissuré et s'il adhère fermement à la cavité, il est difficile de l'extraire. Donc, les inventeurs ont recherché un équilibre entre ses différentes propriétés et ont procédé à des recherches poussées et intensives afin de mettre au point un matériau de scellement provisoire présentant les caractéristiques idéales requises du matériau de scellement. En conséquence, il ont pris note de l'application d'un silicone du type polymérisant par addition

présentant une certaine élasticité une certaine élasticité dont les caractéristiques étaient très différentes des matériaux traditionnels de scellement provisoire, et ayant de bonnes propriétés d'étalement de sorte qu'il était à peine fissuré. Ils sont donc parvenus à développer un matériau original rencontrant toutes les caractéristiques requises du matériau de scellement provisoire. Sa force d'adhésion et le fait qu'il soit à peine fissuré ont permis l'aboutissement de l'invention.

Les caractéristiques requises pour un matériau de scellement provisoire se retrouvent dans cette invention, c'est-à-dire que l'utilisation d'un organopolysiloxane présentant une viscosité spécifique en guise de substrat confère une dureté suffisante à un produit polymérisé; l'adjonction d'un organohydrogénopolysiloxane à titre agent réticulant pour silicones de type polymérisant par addition et d'un composé de platine soluble dans le silicone comme catalyseur de polymérisation ainsi que d'une charge minérale qui donne une viscosité et des propriétés de modelage satisfaisant à l'obturation à l'aide d'une pâte; et l'utilisation d'une silice finement pulvérisée, dont la surface est rendue hydrophobe, va améliorer la résistance d'un produit polymérisé, en évitant la survenance d'une cassure au moment de l'enlèvement du matériau de scellement provisoire et améliore l'adhérence du matériau à la pâte avant la polymérisation, et à la cavité après la polymérisation.

En outre, vu que la composition de ce nouveau matériau présente une formulation tout à fait différente de celle des résines habituellement utilisées en dentisterie, et même si la surface dentinaire de la cavité est provisoirement scellée après revêtement avec de la résine, on peut employer cette composition en toute confiance sans qu'il y ait de réaction, ni même une adhésion à la résine. Aussi, la composition de ce matériau ne présente pas seulement une bonne adhérence à la cavité et d'excellentes

propriétés de scellement marginal, mais elle assure également une parfaite résistance à la pression des mâchoires.

Une composition à base de silicone pour scellements provisoires en dentisterie comprend:

- 5 (A) 100 parties en poids d'organopolysiloxane ayant au moins 2 hydrocarbures aliphatiques insaturés en une seule molécule et présentant une viscosité allant de 50 à 1.000 cSt à 25°C;
- (B) de 0,1 à 40 parties en poids d'organohydrogénopolysiloxane ayant au moins 3 atomes d'hydrogène directement liés à un atome de
- 10 silicium au sein d'une molécule;
- (C) de 10 à 500 ppm de composé de platine soluble dans le silicone, en fonction des quantités totales de (A) et de (B);
- (D) de 10 à 400 parties en poids de charge minérale; et
- (E) une silice finement pulvérisée ayant une surface spécifique BET de
- 15 50 à 500 m²/g et dont la surface est rendue hydrophobe.

Description détaillée de l'invention.

- Dans cette composition à base de silicone pour scellements provisoires en dentisterie, le composant (A) est un organopolysiloxane
- 20 présentant au moins deux hydrocarbures aliphatiques insaturés au sein d'une molécule et ayant une viscosité comprise entre 50 et 1.000 cSt à 25°C. Cet organopolysiloxane est, de préférence, un organopolysiloxane linéaire dans lequel les deux terminaisons de la chaîne moléculaire sont encombrées par un groupe vinyle et où la chaîne peut contenir ce groupe vinyle. Si la viscosité de
- 25 l'organopolysiloxane est inférieure à 50 cSt, un produit polymérisé est friable et donc l'enlèvement devient difficile. D'un autre côté, si la viscosité dépasse 1.000 cSt, la dureté du produit polymérisé est faible et il peut se déformer sous la pression des mâchoires. Pour ces raisons, les deux cas sont à éviter.

L'organohydrogénopolysiloxane, composant (B), possède au moins 3 atomes d'hydrogène directement liés à l'atome de silicium dans une molécule et se comporte en agent de réticulation. Si la quantité d'organohydrogénopolysiloxane est inférieure à 0,1 partie en poids par rapport aux 100 parties en poids du composant (A), non seulement la dureté du produit polymérisé est basse, mais la vitesse de polymérisation l'est aussi. D'un autre côté, si la quantité du composant (B) dépasse 40 parties en poids, le produit polymérisé sera friable. Pour ces raisons, les 2 cas sont à éviter.

Des exemples de composé de platine soluble dans le silicone, en guise de composant (C), comprennent des catalyseurs réactionnels connus, du type polymérisant par addition, tel l'acide chloroplatinique, l'acide chloroplatinique dilué dans l'alcool, et des complexes d'acide chloroplatinique et d'oléfines, avec le complexe vinylsiloxane d'acide chloroplatinique qui est tout spécialement préféré. On ajoute une quantité adéquate de composant (C) comprise entre 10 et 500 ppm, en fonction de la quantité totale des composants (A) et (B) qui précèdent. Si la quantité de composant (C) est inférieure à 10 ppm, non seulement la vitesse de polymérisation sera abaissée, mais en plus, si une substance susceptible d'entraver la fonction catalytique de ce composé de platine est présente à l'état de trace, la polymérisation de la composition sera fortement retardée. D'un autre côté, si la quantité de composant (C) dépasse 500 ppm, non seulement la vitesse de polymérisation de la composition sera trop élevée, mais le coût de production sera également assez élevé, ce qui entraînera un désavantage économique. De ce fait, les deux cas sont à éviter. On préfère utiliser le composé de platine soluble dans le silicone renfermant de l'acide chloroplatinique une fois dissous dans des solvants à base d'alcool, de cétone, d'éther ou hydrocarbures, ou bien dans des huiles de polysiloxane.

Les types de charges minérales utilisées comme composant (D) comprennent le quartz, la cristobalite, la terre à diatomées, le quartz fusé, le dioxyde de titane, et la silice fusée. Une quantité adéquate de charge minérale est comprise entre 10 et 100 parties en poids sur une base de 100 parties en poids de composant (A). Si la quantité du composant (D) est inférieure à 10 parties en poids, le produit polymérisé est si tendre qu'il ne peut résister à la pression des mâchoires. D'un autre côté, si la quantité de composant (D) dépasse 400 parties en poids, non seulement la viscosité de la composition est trop forte et donc la mise en oeuvre de la composition pour boucher la cavité est rendue délicate, mais encore la force d'adhésion de la composition est très faible. Pour ces raisons, les deux cas sont à éviter.

La silice finement pulvérisée utilisée comme composant présente une surface spécifique BET allant de 50 à 500 m²/g et sa surface est hydrophobe. On obtient en grande partie cette poudre en soumettant à un traitement thermique de la silice en fusion, par exemple, en guise de silice hydrophile avec un agent tensio-actif tel le méthyltrichlorosilane, le diméthylchlorosilane, le triméthylchlorosilane ou des alcoxysilanes correspondants, de l'octaméthylcyclotétrasiloxane, de l'hexaméthylsiloxane, de l'hexaméthylsilazane, ou des mélanges de ceux-ci, ou bien avec un tel agent tensio-actif et de l'eau. Toute silice hydrophobe dans laquelle (presque) tous les groupes silanols tensio-actifs sont encombrés par un groupe hydrophobe tel le motif (CH₃)₃/SiO_{1/2}, le motif (CH₃)₂ SiO_{2/2} et le motif CH₃SiO_{3/2} peut être utilisée. Cette fine poudre de silice hydrophobe n'est pas seulement utile pour renforcer la force d'adhésion du produit polymérisé dans la cavité, mais également pour améliorer la résistance du produit à l'arrachement, et par voie de conséquence, on peut facilement enlever le produit polymérisé au moment où l'on extrait le matériau de scellement

provisoire sans causer de cassure. Cette fine poudre de silice hydrophobe présente une surface spécifique BET allant de 50 à 500 m²/g. Si cette surface spécifique BET est inférieure à 50 m²/g, la force d'adhésion du produit à la cavité n'est pas suffisante, et la résistance à l'arrachement est faible. D'un autre côté, si cette surface dépasse 500 m²/g, la viscosité de la pâte augmente, et il devient compliqué de la travailler et de mettre la composition en place dans la cavité. Par conséquent, ces deux cas sont à éviter. En outre, la quantité adéquate de poudre de silice à incorporer au mélange va de 5 à 50 parties en poids sur une base de 100 parties en poids de composant (A). Si cette quantité est inférieure à 5 parties en poids, la force d'adhésion à la cavité ainsi que la résistance à l'arrachement ne sont plus suffisantes. D'un autre côté, si elle excède 50 parties en poids, la viscosité de la composition est trop élevée et il est difficile de travailler la pâte. De ce fait, ces deux cas sont à éviter.

Si on le souhaite, on peut ajouter différents agents de coloration inorganiques ou organiques, des agents tensio-actifs non-ioniques et bien d'autres encore tant que les caractéristiques de la composition de l'invention n'en sont pas diminuées. Les agents de coloration sont ceux que l'on peut utiliser dans les compositions habituelles à base de silicone, comme le rouge oxyde, le blanc titane, le jaune titane ainsi que le bleu cobalt. Les agents tensio-actifs non-ioniques utilisables sont les éthers alkyliques de polyoxyéthylène et les esters d'acides gras de sorbitan.

L'invention va être décrite en détail dans les exemples qui vont suivre, mais il ne faut pas en déduire qu'elle se limite à ces exemples-là.

Exemple 1

Une pâte de base et une pâte catalytique présentant chacune la composition suivante ont été préparées.

(Pâte de base)

- Diméthylpolysiloxane d'une viscosité de 50 cSt à 25°C, dans lequel les deux terminaisons de la chaîne moléculaire sont encombrées par un groupe méthylvinylsiloxyl : 100 parties en poids.

5 - Méthylhydrogénopolysiloxane linéaire contenant 45 mole % d'un motif méthylhydrogensiloxane : 20 parties en poids.

- Quartz : 20 parties en poids.

(Pâte catalytique)

10 - Diméthylpolysiloxane d'une viscosité de 50 cSt à 25°C, dans lequel les deux terminaisons de la chaîne moléculaire sont encombrées par un groupe méthylvinylsiloxyl : 100 parties en poids.

- Solution d'huile de silicone contenant 0,5 % en poids d'un complexe 1,3-divinyltétraméthylidisiloxane-platine : 4 parties en poids.

15 - Silice hydrophobe finement pulvérisée présentant une surface spécifique BET de 200 m²/g et dont la surface est encombrée par un motif (CH₃)₃SiO_{1/2} : 100 parties en poids.

Ensuite, on a travaillé des quantités égales de pâte de base et de pâte catalytique décrites ci-dessus durant 30 secondes au moyen d'une spatule, et on a versé ce mélange dans un moule d'une hauteur de 12mm et de 30mm de diamètre. Le mélange fut ensuite placé dans un bain-marie à une température constante de 37°C pendant 24h. Par après, on a retiré du moule un produit polymérisé et on a mesuré sa dureté à l'aide d'un testeur de dureté du type à ressort comme il est décrit dans JIS T6301. De la même manière, on a utilisé une éprouvette du type A pour effectuer un test d'arrachement. Après l'avoir abandonnée durant 24h dans un bain-marie à une température constante de 37°C, on a procédé au test d'arrachement. On a également réalisé un test afin d'évaluer la force d'adhésion de la manière suivante. On a introduit le mélange pétri dans la cavité ménagée dans la surface linguale d'une dent de

bovidé, et après l'avoir fait polymériser, on a placé le tout au bain-marie à une température constante de 37°C pendant un jour. Par après, on a soumis 1,000 fois l'ensemble obtenu à un test en cycle thermique en le trempant en alternance dans une solution de fuchsine à 4°C puis dans une solution de fuchsine à 60°C. On a pu ainsi observer le degré de pénétration du pigment dans la cavité et évaluer ainsi la force d'adhésion (on a constaté que plus le degré de pénétration du pigment était élevé, plus la force d'adhésion était faible). Les résultats de ce test sont repris sommairement au Tableau 1.

Comme on le voit au Tableau 1, ce matériau de scellement provisoire conforme à l'invention présentait une dureté élevée, il permettait un enlèvement aisé tenant à sa très grande résistance à l'arrachement, et présentait une force d'adhésion supérieure.

Exemple 2

Une pâte de base et une pâte catalytique présentant chacune la composition suivante ont été préparées.

(Pâte de base)

- Diméthylpolysiloxane d'une viscosité de 1.000 cSt à 25°C, dans lequel les deux terminaisons de la chaîne moléculaire sont encombrées par un groupe méthylvinylsiloxy : 100 parties en poids.

- Méthylhydrogénopolysiloxane linéaire contenant 40 mole % d'un motif méthylhydrogensiloxane : 3 parties en poids.

- Quartz : 800 parties en poids.

(Pâte catalytique)

- Diméthylpolysiloxane d'une viscosité de 1.000 cSt à 25°C, dans lequel les deux terminaisons de la chaîne moléculaire sont encombrées par un groupe méthylvinylsiloxy : 100 parties en poids.

- Solution d'huile de silicone contenant 0,5 % en poids d'un complexe 1,3-divinyltétraméthylidisiloxane-platine : 3 parties en poids.

- Silice hydrophobe finement pulvérisée présentant une surface spécifique BET de 200 m²/g et dont la surface est encombrée par un motif (CH₃)₃SiO_{1/2} : 10 parties en poids.

5 Ensuite, on a travaillé des quantités égales de la pâte de base et de la pâte catalytique décrites ci-dessus durant 30 secondes au moyen d'une spatule, et ce mélange a subi les divers tests comme à l'exemple 1. Les résultats de ce test sont repris sommairement au Tableau 1. Comme on le voit au Tableau 1, ce matériau de scellement provisoire présentait une dureté élevée, il permettait un
10 enlèvement aisé tenant à sa très grande résistance à l'arrachement et présentait une force d'adhésion supérieure.

Exemple 3

Une pâte de base et une pâte catalytique présentant chacune la composition suivante ont été préparées.

15 (Pâte de base)

- Diméthylpolysiloxane d'une viscosité de 500 cSt à 25°C, dans lequel les deux terminaisons de la chaîne moléculaire sont encombrées par un groupe méthylvinylsiloxy : 100 parties en poids.

20 - Méthylhydrogénopolysiloxane linéaire contenant 50 mole % d'un motif méthylhydrogénosiloxane : 10 parties en poids.

- Quartz : 400 parties en poids.

(Pâte catalytique)

25 - Diméthylpolysiloxane d'une viscosité de 500 cSt à 25°C, dans lequel les deux terminaisons de la chaîne moléculaire sont encombrées par un groupe méthylvinylsiloxy : 100 parties en poids.

- Solution d'huile de silicone contenant 0,5 % en poids d'un complexe 1,3-divinyltétraméthylidisiloxane-platine : 3 parties en poids.

30 - Silice hydrophobe finement pulvérisée présentant une surface spécifique BET de 200 m²/g et dont la surface est encombrée par un motif (CH₃)₃SiO_{1/2} : 50 parties en poids.

On a travaillé ensuite des quantités égales de la pâte de base et de la pâte catalytique décrites ci-dessus durant 30 secondes au moyen d'une spatule, et ce mélange a subi les divers tests de l'exemple 1. Les résultats de ce test sont repris sommairement au Tableau 1. Comme on le voit au Tableau 1, ce matériau de scellement provisoire présentait une dureté élevée, il permettait un enlèvement aisé en raison de sa très grande résistance à l'arrachement et présentait une force d'adhésion supérieure

Exemple comparatif 1

Une pâte de base et une pâte catalytique présentant chacune la composition suivante ont été préparées.

(Pâte de base)

- Diméthylpolysiloxane d'une viscosité de 500 cSt à 25°C, dans lequel les deux terminaisons de la chaîne moléculaire sont encombrées par un groupe méthylvinylsiloxy : 100 parties en poids.
- Méthylhydrogénopolysiloxane linéaire contenant 50 mole % d'un motif méthylhydrogénosiloxane : 3 parties en poids.
- Quartz : 200 parties en poids.

(Pâte catalytique)

- Diméthylpolysiloxane d'une viscosité de 500 cSt à 25°C, dans lequel les deux terminaisons de la chaîne moléculaire sont encombrées par un groupe méthylvinylsiloxy : 100 parties en poids.
- Solution d'huile de silicone contenant 0,5 % en poids d'un complexe 1,3-divinyltétraméthylidisiloxane-platine : 3 parties en poids.

On a travaillé ensuite des quantités égales de la pâte de base et de la pâte catalytique décrites ci-dessus ont été travaillées durant 30 secondes au moyen d'une spatule, et ce mélange a été soumis aux différents tests de l'exemple 1. Les résultats de ce test sont repris sommairement au Tableau 1. Comme on le voit au Tableau 1, même si ce matériau de scellement provisoire ayant la présente composition

5 présentait une dureté élevée, puisque sa résistance à l'arrachement était faible, le matériau avait néanmoins tendance à se casser de telle manière que son enlèvement devenait compliqué. De même, lors du test d'évaluation de la force d'adhésion, on a observé la pénétration du pigment dans la cavité entière ce qui confirmait la faible force d'adhésion du matériau de scellement provisoire de cette formulation.

Exemple comparatif 2

10 Une pâte de base et une pâte catalytique présentant chacune la composition suivante ont été préparées.

(Pâte de base)

- Diméthylpolysiloxane d'une viscosité de 20,000 cSt à 25°C, dans lequel les deux terminaisons de la chaîne moléculaire sont encombrées par un groupe méthylvinylsiloxy : 100 parties en poids.
- 15 - Méthylhydrogénopolysiloxane linéaire contenant 50 mole % d'un motif méthylhydrogénosiloxane : 2 parties en poids.
- Quartz : 200 parties en poids.

(Pâte catalytique)

- Diméthylpolysiloxane d'une viscosité de 20,000 cSt à 25°C, dans lequel les deux terminaisons de la chaîne moléculaire sont encombrées par un groupe méthylvinylsiloxy : 100 parties en poids.
- 20 - Solution d'huile de silicone contenant 0,5 % en poids d'un complexe 1,3-divinyltétraméthylidisiloxane-platine : 3 parties en poids.
- Silice hydrophobe finement pulvérisée présentant une surface spécifique BET de 200 m²/g et dont la surface est encombrée par un motif (CH₃)₃SiO_{1/2} : 5 parties en poids.
- 25

On a travaillé ensuite des quantités égales de la pâte de base et de la pâte catalytique décrites ci-dessus durant 30 secondes au moyen d'une spatule, et ce mélange a été soumis aux différents tests

de l'exemple 1. Les résultats de ce test sont repris sommairement au Tableau 1.

5 Comme on le voit au Tableau 1, même si ce matériau de scellement provisoire présentait une forte résistance à l'arrachement et une bonne force d'adhésion, puisque son produit polymérisé était d'une faible dureté, le matériau ne pouvait pas résister à la pression des mâchoires si bien qu'il pouvait éventuellement se déformer ou tomber. En ce qui concerne les résultats du test d'évaluation de la force d'adhésion, même si l'on a retrouvé des pigments dans une
10 partie de la cavité, la force d'adhésion était, en substance, correcte.

Exemple comparatif 3

Un matériau thermoplastique de scellement provisoire comprenant de la gutta-percha, disponible dans le commerce, comme matériau principal (sa dénomination commerciale est
15 "Temporary Stopping" fabriqué par GC Dental Industries) a été chauffé afin de le ramollir. On en a prélevé des éprouvettes, que l'on a soumises à différents tests comme à l'exemple 1. Les résultats des tests sont repris sommairement au Tableau 1. Comme on le voit au Tableau 1, même si le matériau présentait une dureté élevée et une bonne
20 résistance à la pression, en raison de sa faible résistance à l'arrachement, son produit polymérisé était susceptible de se casser lors de l'enlèvement, rendant celui-ci délicat. Par ailleurs, lors du test d'évaluation de la force d'adhésion, on a observé la pénétration du pigment dans la cavité entière confirmant ainsi la faible force
25 d'adhésion du matériau.

Tableau 1

	<i>Dureté</i>	<i>Résistance l'arrachement (N/m²)</i>	<i>à Force d'adhésion (pénétration du pigment)</i>
Exemple 1	80	8,0	Bonne (aucune pénétration observée
Exemple 2	76	9,2	Bonne (aucune pénétration du pigment observée)
Exemple 3	78	8,5	Bonne (aucune pénétration du pigment observée)
Exemple comparatif 1	75	4,5	Médiocre (La pénétration du pigment a été observée sur toute la cavité)
Exemple comparatif 2	52	6,0	Bonne en substance (pénétration partielle du pigment)
Exemple comparatif 3	80	1,5	Médiocre (la pénétration du pigment a été observée sur toute la cavité

Comme nous l'avons décrit ci-dessus, la composition à base de silicone pour scellements provisoires en dentisterie, conforme à l'invention, présente des propriétés supérieures telle son aptitude au scellement provisoire et facilité de mise en oeuvre, sa force d'adhésion élevée à la cavité, son aptitude à supporter le scellement marginal en protégeant la dentine de tout risque de contamination, sa dureté permettant une bonne résistance à la pression des mâchoires, sa capacité à préserver l'état occlusif après obturation et, grâce à sa grande résistance à l'arrachement, sa facilité d'enlèvement sans causer de cassure.

En outre, au cas où la surface dentinaire de la cavité est provisoirement tapissée de résine, l'invention peut être mise en oeuvre en toute confiance sans craindre une réaction d'obturation ou une adhésion à la résine. Au vu de ce qui précède, la composition à base de silicone pour scellements provisoires est un matériau original et très utile en dentisterie car il possède des qualités supérieures qui pallient les inconvénients des matériaux traditionnels de restauration temporaire.

Bien que l'on a expliqué l'invention en détail par référence à des réalisations spécifiques, il sera évident à l'homme de métier que différents changements et modifications peuvent y être apportés sans pour autant s'écarter de son esprit ni de sa portée.

REVENDEICATIONS

1. Composition à base de silicone pour scellements provisoires en dentisterie, comprenant :

- 5 (A) 100 parties en poids d'organopolysiloxane ayant au moins deux hydrocarbures aliphatiques insaturés dans une molécule et présentant une viscosité de 50 à 1.000 cSt à 25°C;
- (B) de 0,1 à 40 parties en poids d'un organohydrogénopolysiloxane possédant au moins trois atomes d'hydrogène directement liés à un atome de silicium au sein d'une molécule;
- 10 (C) de 100 à 500 ppm de composé de platine soluble dans le silicone, en fonction des quantités totales de (A) et de (B);
- (D) de 10 à 400 parties en poids de charge minérale choisie dans le groupe comprenant le quartz, la cristobalite, la terre à diatomées et le dioxyde de titane; et
- 15 (E) de silice finement pulvérisée ayant une surface spécifique BET de 50 à 500 m²/g et dont la surface est rendue hydrophobe.

2. Composition à base de silicone pour scellements provisoires en dentisterie selon la revendication 1, dans laquelle l'organopolysiloxane (A) est de configuration linéaire et où les deux terminaisons de la chaîne moléculaire de ce dernier sont encombrées par un groupe vinyle.

20

3. Composition à base de silicone pour scellements provisoires en dentisterie selon la revendication 1, dans laquelle l'organohydrogénopolysiloxane (B) est un méthylhydrogénopolysiloxane linéaire.

25

4. Composition à base de silicone pour scellements provisoires en dentisterie selon la revendication 1, dans laquelle le composé de platine soluble dans le silicone (C) est un complexe vinylsiloxane d'acide chloroplatinique.

- 5 5. Composition à base de silicone pour scellements provisoires en dentisterie selon la revendication 1, dans laquelle la silice finement pulvérisée (E) est une silice hydrophobe finement pulvérisée dont la surface est encombrée d'un groupe hydrophile choisi parmi le groupe comprenant le motif $(\text{CH}_3)_3/\text{SiO}_{1/2}$, le motif $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}_{2/2}$ et le motif $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$.



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE
établi en vertu de l'article 21 § 1 et 2
de la loi belge sur les brevets d'invention
du 28 mars 1984

Numero de la demande
nationale

B0 6877
BE 9701011

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.6)
X	DE 196 14 983 A (G C DENTAL IND CORP) 24 octobre 1996 * le document en entier *	1-6	A61K6/093
A	EP 0 507 177 A (BAYER AG) 7 octobre 1992		
A	EP 0 158 141 A (WACKER CHEMIE GMBH) 16 octobre 1985		
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6)
			A61K
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
24 février 1999		Cousins-Van Steen, G	
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES			
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	

1

EPO FORM 1503 03.82 (P04C48)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET BELGE NO.**

B0 6877
BE 9701011

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche visé ci-dessus.
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

24-02-1999

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
DE 19614983 A	24-10-1996	JP 8291017 A	05-11-1996
		BE 1009853 A	07-10-1997
		GB 2300862 A,B	20-11-1996
		US 5631320 A	20-05-1997
EP 0507177 A	07-10-1992	DE 4110796 A	08-10-1992
		AT 131379 T	15-12-1995
		DE 59204640 D	25-01-1996
		DK 507177 T	18-03-1996
		ES 2083011 T	01-04-1996
		GR 3019281 T	30-06-1996
		IE 70752 B	30-12-1996
		JP 5112421 A	07-05-1993
EP 0158141 A	16-10-1985	DE 3409139 A	19-09-1985
		CA 1277794 A	11-12-1990
		JP 60208903 A	21-10-1985
		US 4600731 A	15-07-1986