



SPF ECONOMIE, P.M.E.,
CLASSES MOYENNES & ENERGIE

NUMERO DE PUBLICATION : 1014375A3

NUMERO DE DEPOT : 2001/0605

Classif. Internat. : A61K

Date de délivrance le : 02 Septembre 2003

Le Ministre de l'Economie,

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

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 20 Septembre 2001 à 16H00 à l'Office de la Propriété Intellectuelle

ARRETE:

ARTICLE 1.- Il est délivré à : GC CORPORATION
N° 76-1, Hasunuma-cho, Itabashi-ku, TOKYO(JAPON)

représenté(e)(s) par : MODRIE Guy, S.A. NOVAGRAAF N.V., 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 DE RESINE POUR BASE DE DENTURE.

INVENTEUR(S) : Shinozaki Yutaka, c/o GC Corporation, n°76-1 Hasunuma-cho, Itabashi-ku Tokyo (JP); Kumagai Tomohiro, c/o GC Corporation, n° 76-1, Hasunuma-cho, Itabashi-ku, Tokyo (JP)

PRIORITE(S) 26.09.00 JP JPA00292310

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).

Pour expédition certifiée conforme

L. WUYTS
CONSEILLER

Bruxelles, le 02 Septembre 2003
PAR DELEGATION SPECIALE :

L. WUYTS
CONSEILLER

5

COMPOSITION DE RESINE POUR BASE DE DENTURE

10

ARRIERE-PLAN DE L'INVENTION

1. Domaine de l'invention :

La présente invention concerne une composition de résine pour base de denture qui est utilisée pour la préparation d'une base de denture ou d'une plaque de base de denture, la rectification ou la réparation d'une denture, etc. En particulier, la présente invention concerne une composition de résine pour base de denture comprenant une association d'un composant monomère destiné à former une matrice après durcissement, et d'un composant consistant en une charge.

20

2. Description de la technique classique :

Jusqu'à présent, les compositions de résine pour base de denture étaient constituées d'un composant en poudre consistant en méthacrylate de polyméthyle ou méthacrylate de polyéthyle comme composant principal, un catalyseur de polymérisation y étant ajouté, ainsi que d'un composant liquide consistant en méthacrylate de méthyle comme composant principal. Au cours de l'utilisation, des quantités prédéterminées du composant en poudre et du composant liquide étaient mélangées l'une à l'autre, puis utilisées.

30

La préparation d'une denture est généralement conduite de la manière suivante. C'est-à-dire que l'on prend une empreinte dans la cavité orale d'un patient,

35

et que l'on prépare un moulage de gypse ; on forme une portion de base de denture à l'aide une cire dentaire, etc., sur le moulage de gypse ; on installe le moulage de gypse sur un dispositif d'articulation ; on aligne
5 les dents artificielles pour préparer une denture de cire ; on dépose la denture de cire en revêtement directement dans un flacon en utilisant un revêtement de gypse ; on élimine la portion de cire avec de l'eau chaude, etc, formant ainsi un espace pour la portion
10 de base de denture dans le revêtement de gypse ; on pèse le composant en poudre et le composant liquide pour matière de résine pour base de denture, et on les mélange l'un à l'autre au moyen d'une spatule, etc., pour former une pâte ; on charge la pâte dans l'espace
15 formé dans le revêtement de gypse et on la soumet à une polymérisation et un durcissement ; et après refroidissement, on retire la matière résultante du revêtement de gypse, puis on la dégrossit et on la polit.

20 Cependant, la denture achevée présente une faible valeur d'énergie élastique, dont l'une des caractéristiques est inhérente à la résine acrylique, et elle est de nature rigide et fragile. Par conséquent, une telle denture ne peut pratiquement pas
25 absorber l'application d'une force ou d'un choc à la base de denture et, en conséquence, laisse apparaître ce défaut que, lorsqu'on la laisse tomber et qu'on lui applique un choc, elle est aisément brisée. En outre, en raison de ces caractéristiques normales, lors de
30 l'extraction d'une denture d'un revêtement de gypse au cours de la préparation de la denture, une mince partie telle qu'une partie d'extrémité latérale de la base de denture, ou une partie dans laquelle une tension est concentrée, est susceptible d'être brisée.

35 De plus, puisque les compositions de résine pour base de denture de la technique classique nécessitent le

mélange du composant en poudre et du composant liquide l'un à l'autre, elles présentent ce défaut que des bulles d'air sont entraînées au cours du mélange. Ces bulles d'air provoquent une diminution des propriétés physiques. En outre, les bulles d'air forment de minuscules irrégularités à la surface de la base de denture après le durcissement, ce qui provoque une formation de taches ou d'une décoloration au cours du temps.

De plus, pendant la préparation de la denture, le composant en poudre et le composant liquide pour composition de résine pour base de denture sont pesés et mélangés l'un à l'autre au moyen d'une spatule, etc. ; et la matière mixte est laissée au repos pendant un certain temps ; puis la matière résultante est chargée lorsqu'elle atteint un état analogue à une pâte. Pendant cette opération, le temps nécessaire pour que la matière mixte atteigne l'état analogue à une pâte est susceptible d'être influencé par l'environnement, et l'état analogue à une pâte ne persiste que peu de temps, de sorte qu'il repose en grande partie sur la perception et l'expérience de l'opérateur. En outre, non seulement l'opération est difficile, mais une sensation désagréable affecte l'opérateur en raison d'une odeur ou d'une stimulation et, en fonction des circonstances, la santé de l'opérateur peut en être affectée.

RESUME DE L'INVENTION

Ainsi, la présente invention a pour but de préparer une composition de résine pour base de denture sous forme d'une pâte unique, qui ne présente ni entraînement de bulles d'air ou réduction des propriétés physiques, ni formation de taches ou décoloration au cours du temps, car les opérations de pesage et de mélange ne sont pas nécessaires au cours de l'utilisation. En outre, la denture achevée a une

valeur d'énergie élastique élevée, est supérieure en ce qui concerne la résistance au choc, et lorsqu'on la laisse tomber et qu'on lui applique un choc ou une tension, elle ne se brise pas aisément.

5 Afin d'atteindre le but décrit ci-dessus, la Demanderesse a effectué des recherches étendues et intensives. En résultat, elle a porté son attention sur la présence d'une résine composite de restauration dentaire sous forme d'une pâte unique comme matière de
10 résine dentaire qui ne nécessite pas d'opération de mélange, est supérieure en ce qui concerne sa capacité de traitement et peut fournir des performances stables. En d'autres termes, bien que la résine composite pour restauration dentaire sous forme de
15 pâte unique utilise une résine acrylique analogue à une composition de résine pour base de denture, puisqu'elle est destinée à réparer une couronne dentaire, une importance particulière est attachée à sa dureté, sa résistance à la flexion et sa résistance
20 à l'usure. Par conséquent, la résine composite pour restauration dentaire sous forme de pâte unique est une matière rigide et fragile contenant une grande quantité d'une charge inorganique ou d'une charge composite organique-inorganique qui y est mélangée.
25 Ensuite, la Demanderesse a mesuré les modules d'élasticité de la charge inorganique et de la charge composite organique-inorganique mélangée dans la composition de résine pour restauration dentaire sous forme de pâte unique, ainsi que ceux de la matière
30 durcie. En résultat, il a été trouvé que la charge inorganique a un module d'élasticité d'environ 5,00 GPa ou davantage, que la charge composite organique-inorganique a un module d'élasticité d'environ 4,00 GPa ou davantage, et en conséquence,
35 que la matière durcie a un module d'élasticité d'environ 5,00 GPa ou davantage. Cela signifie qu'il a

été trouvé que le mélange d'une charge ayant un module d'élasticité élevé assure dureté, résistance à la flexion et résistance à l'usure de la matière durcie.

5 Ainsi, conformément à la présente invention, une charge ayant un module d'élasticité correctement faible est associée à un monomère, supprimant ainsi le module d'élasticité d'une matière durcie à un niveau correctement faible, pour réaliser une composition de résine pour base de denture ayant une valeur d'énergie
10 élastique élevée afin de pouvoir absorber un choc tout en étant sous forme d'une pâte unique sans nécessité de mélange, qui est supérieure en ce qui concerne sa capacité de traitement, et qui ne présente ni entraînement de bulles d'air ou réduction des
15 propriétés physiques, ni formation de taches ou décoloration au cours du temps.

Plus précisément, la composition de résine pour base de denture conforme à la présente invention est une composition de résine pour base de denture à
20 l'état de pâte unique, comprenant (a) un monomère et/ou un oligomère polymérisable(s) ayant un module d'élasticité à la polymérisation de 0,25 à 3,00 GPa, (b) une charge organique et/ou une charge composite organique-inorganique ayant un module d'élasticité de
25 0,25 à 3,00 GPa, et (c) un initiateur de polymérisation comprenant un initiateur de polymérisation du type pour polymérisation par la chaleur et/ou un initiateur de polymérisation du type pour photopolymérisation. Parmi ceux-ci, on préfère
30 une composition de résine pour base de denture dans laquelle la valeur de mélange de la charge organique et/ou de la charge composite organique-inorganique ayant un module d'élasticité de 0,25 à 3,00 GPa est de 1 à 75 % en poids ; la valeur de mélange du monomère
35 et/ou de l'oligomère polymérisable(s) ayant un module d'élasticité à la polymérisation de 0,26 à 3,00 GPa

est de 15 à 95 % en poids ; et la valeur de mélange de l'initiateur de polymérisation comprenant un initiateur de polymérisation du type pour polymérisation par la chaleur et/ou un initiateur de polymérisation du type pour photopolymérisation est de 0,05 à 5 % en poids ; et qui peut contenir en outre de 1 à 60 % en poids d'une charge inorganique.

DESCRIPTION DES FORMES DE REALISATION PREFEREES

Les composants respectifs de la composition de résine pour base de denture conforme à la présente invention seront décrits plus en détail ci-dessous.

On utilise de préférence le monomère et/ou l'oligomère polymérisable(s) ayant un module d'élasticité à la polymérisation de 0,25 à 3,00 GPa en tant que composant (a) est un composant destiné à constituer une partie de matrice après durcissement, et des monomères de méthacrylate ou d'acrylate ayant au moins une double liaison insaturée. Des exemples spécifiques comprennent le méthacrylate de méthyle, le méthacrylate d'éthyle, le méthacrylate d'isopropyle, le méthacrylate de 2-hydroxyéthyle, le méthacrylate de 3-hydroxypropyle, le 2-hydroxy-1,3-diméthacryloxypropane, le méthacrylate de n-butyle, le méthacrylate d'isobutyle, le méthacrylate d'hydroxypropyle, le méthacrylate de tétrahydrofurfuryle, le méthacrylate de glycidyle, le méthacrylate de 2-méthoxyéthyle, le méthacrylate de 2-éthylhexyle, le méthacrylate de benzyle, le diméthacrylate d'éthylèneglycol, le diméthacrylate de diéthylèneglycol, le diméthacrylate de triéthylèneglycol, le diméthacrylate de butylèneglycol, le diméthacrylate de néopentylglycol, le diméthacrylate de 1,3-butanediol, le diméthacrylate de 1,4-butanediol, le diméthacrylate de 1,6-hexanediol, le triméthacrylate de triméthylolpropane, le triméthacrylate de triméthyloléthane, le triméthacrylate de pentaérythritol, le triméthacrylate

de triméthylolméthane, le tétraméthacrylate de pentaérythritol, le diméthacrylate de polybutylèneglycol, et leurs acrylates correspondants. Des exemples de monomères ayant une liaison uréthane

5 comprennent le dicarbamate de di-2-méthacryloxyéthyl-2,2,4-triméthyl-hexaméthylène, la 1,3,5-tris-[1,3-bis(méthacryloyloxy)-2-propoxycarbonylamino]hexan]-1,3,5-(1H,3H,5H)-triazine-2,4,6-trione, et leurs acrylates correspondants. On peut citer en outre un

10 oligomère d'uréthane synthétisé à partir de 2,2'-di(4-hydroxycyclohexyl)propane, 2-oxépanone, hexaméthylène-diisocyanate, et méthacrylate de 2-hydroxyéthyle et un oligomère d'uréthane synthétisé à partir de 2,2'-di(4-hydroxycyclohexyl)-propane, 2-oxépanone,

15 hexaméthylène-diisocyanate, et acrylate de 2-hydroxyéthyle, un oligomère d'uréthane synthétisé à partir de 1,3-butanediol, hexaméthylène-diisocyanate, et méthacrylate de 2-hydroxyéthyle, et un oligomère d'uréthane synthétisé à partir de 1,3-butanediol,

20 hexaméthylène-diisocyanate, et acrylate de 2-hydroxyéthyle. Ces monomères et/ou oligomères peuvent être utilisés seuls ou en mélange, tout en étant ajustés de manière à présenter un module d'élasticité de 0,25 à 3,00 GPa.

25 Parmi ces monomères et/ou oligomères polymérisables, le diméthacrylate de néopentylglycol, le méthacrylate de tétrahydrofurfuryle, le diméthacrylate de 1,4-butanediol, le diméthacrylate de 1,6-hexanediol, le diméthacrylate de

30 polybutylèneglycol, le dicarbamate de di-2-méthacryloxy-éthyl-2,2,4-triméthylhexaméthylène, la 1,3,5-tris[1,3-bis(méthacryloyloxy)-2-propoxy-carbonyl-amino-hexane]-1,3,5-(1H,3H,5H)-triazin-2,4,6-trione, et leurs acrylates correspondants, ainsi qu'un

35 oligomère d'uréthane synthétisé à partir de 2,2'-di-(4-hydroxycyclohexyl)propane, 2-oxépanone,

hexaméthylènediisocyanate, et méthacrylate de 2-hydroxyéthyle, et un oligomère d'uréthane synthétisé à partir de 2,2'-di(4-hydroxycyclohexyl)-propane, 2-oxépanone, hexaméthylènediisocyanate, et acrylate de 2-hydroxyéthyle, un oligomère d'uréthane synthétisé à partir de 1,3-butanediol, hexaméthylènediisocyanate, et méthacrylate de 2-hydroxyéthyle, et un oligomère d'uréthane synthétisé à partir de 1,3-butanediol, hexaméthylènediisocyanate, et acrylate de 2-hydroxyéthyle, ont des modules d'élasticité de 0,25 à 3,00 GPa après durcissement, même lorsqu'ils sont utilisés seuls. Lorsque ces monomères et/ou oligomères sont utilisés seuls ou en association, il n'est pas nécessaire d'ajuster le module d'élasticité, grâce à quoi on peut obtenir une composition de résine pour base de denture sous forme d'une pâte unique plus appropriée. Ainsi, une telle composition est préférée.

Dans le cas où le module d'élasticité du monomère et/ou de l'oligomère polymérisable(s) en tant que composant (a) est inférieur à 0,25 GPa, la matrice de matière durcie est si molle que la denture est susceptible d'être déformée. D'autre part, dans le cas où le module d'élasticité du monomère et/ou de l'oligomère polymérisable(s) en tant que composant (a) dépasse 3,00 GPa, la valeur d'énergie élastique de la matière durcie est si faible que la denture est rigide et fragile. Ainsi, cette composition n'est pas adaptée. Une quantité convenable du monomère et/ou de l'oligomère polymérisable(s) en tant que composant (a) à mélanger est située de préférence dans l'intervalle de 15 à 95 % en poids dans la composition de résine pour base de denture. Lorsque la valeur de mélange du composant (a) est inférieure à 15 % en poids, la matière durcie est susceptible de présenter des propriétés de résistance et d'élasticité inférieures. D'autre part, lorsqu'elle dépasse 95 % en poids, la

matière durcie est susceptible d'être collante. Une quantité de 30 à 80 % en poids est particulièrement appréciée.

La charge organique et/ou la charge composite organique-inorganique ayant un module d'élasticité de 0,25 à 3,00 GPa en tant que composant (b) est un composant destiné à conférer une résistance à la flexion et une énergie élastique à la matière durcie, et à assurer une résistance au choc, et présente une fonction d'ajustement de l'état de pâte de la composition de résine pour base de denture. Lorsque le module d'élasticité du composant (b) est inférieur à 0,25 GPa, la résistance à la flexion de la matière durcie est insuffisante. D'autre part, lorsqu'il dépasse 3,00 GPa, la matière durcie est trop rigide pour une application à une base de denture, et n'est par conséquent pas appropriée.

Comme charge organique ayant un module d'élasticité de 0,25 à 3,00 GPa, on utilise une poudre préparée en durcissant par polymérisation puis en broyant la même substance que celle utilisée pour le monomère et/ou l'oligomère polymérisable(s) décrit(s) ci-dessus ayant un module d'élasticité à la polymérisation de 0,25 à 3,00 GPa. Comme initiateur de polymérisation pour polymériser et durcir le monomère et/ou l'oligomère polymérisable(s), on peut utiliser des initiateurs de polymérisation connus, qui sont généralement utilisés pour la préparation de charges organiques. Dans le cas du durcissement par la chaleur, on utilise des initiateurs de polymérisation du type pour polymérisation par la chaleur, tels que des peroxydes organiques et des composés azoïques. Dans le cas de la photopolymérisation, on utilise des initiateurs de polymérisation de type pour photopolymérisation. En outre, le monomère et/ou l'oligomère polymérisable(s) peut(vent) être durci(s)

par autopolymérisation, et il n'y a pas de restrictions en ce qui concerne le procédé de durcissement.

Comme charge composite organique-inorganique
5 ayant un module d'élasticité de 0,25 à 3,00 GPa, on peut utiliser celles préparées en mélangeant le monomère et/ou l'oligomère polymérisable(s) décrit(s) ci-dessus, ayant un module d'élasticité à la polymérisation compris entre 0,25 et 3,00 GPa, avec
10 une charge inorganique, polymériser et durcir le mélange, puis broyer la matière durcie. Pour ajuster le module d'élasticité entre 0,25 et 3,00 GPa, on peut procéder en ajustant le rapport de mélange du monomère et/ou de l'oligomère polymérisable(s) et de la charge
15 inorganique. Des exemples de la charge inorganique à mélanger comprennent différents verres, tels que le verre de baryum, le verre d'alumine et le verre de potassium ; et des poudres telles qu'une silice, le feldspath, le quartz, une zéolite synthétique, le
20 phosphate de calcium, le silicate d'aluminium, le silicate de calcium, et le carbonate de magnésium. Il est souhaité que ces charges inorganiques soient soumises au préalable à un traitement de surface avec une substance de type silane. Comme agent de
25 traitement de surface qui est utilisé pour le traitement de surface, on utilise des composés organiques de silicium, tels que le γ -méthacryloxypropyltriméthoxysilane, le vinyltrichlorosilane, le vinyltriéthoxysilane, le vinyltriméthoxysilane, le vinyltriacétoxysilane, et le vinyl-
30 (triméthoxyéthoxy)silane. Le traitement de surface est effectué par un procédé de traitement connu à base de silane. Comme initiateur de polymérisation pour la polymérisation et le durcissement du mélange du
35 monomère et/ou de l'oligomère polymérisable(s) et de la charge inorganique, on utilise des initiateurs de

polymérisation connus, identiques à ceux utilisés pour la préparation de la charge organique, de la manière décrite ci-dessus. Une quantité appropriée de la charge inorganique à mélanger dans la charge composite organique-inorganique est de 5 à 50 % en poids, comme pour les charges composites organiques-inorganiques déjà connues.

La quantité de la charge organique et/ou de la charge composite organique-inorganique ayant un module d'élasticité compris entre 0,25 et 3,00 GPa comme composant (b) est de préférence de 1 à 75 % en poids dans la composition de résine pour base de denture. Lorsque la quantité du composant (b) est inférieure à 1 % en poids, aucun effet n'est observé à la suite du mélange. D'autre part, lorsqu'elle dépasse 75 % en poids, la pâte devient dure, et par conséquent la capacité de traitement tend à être abaissée.

Une quantité appropriée de l'initiateur de polymérisation comprenant un initiateur de polymérisation de type pour polymérisation par la chaleur et/ou de l'initiateur de polymérisation de type pour photopolymérisation comme composant (c) est de 0,01 à 5 % en poids. Lorsque la quantité du composant (c) est inférieure à 0,01 % en poids, il est difficile d'effectuer une polymérisation et un durcissement suffisants pour la composition de résine pour base de denture. D'autre part, lorsqu'elle dépasse 5 % en poids, la stabilité à la conservation de la composition de résine pour base de denture peut être entravée.

Comme initiateur de polymérisation de type pour polymérisation par la chaleur, on utilise principalement des peroxydes organiques, des composés azoïques, et analogues. Comme peroxydes organiques, on préfère des peroxydes de diacycle ayant un noyau aromatique et des peroxyesters considérés comme étant

des esters d'acide perbenzoïque. Des exemples comprennent le peroxyde de benzoyle, le peroxyde de 2,4-dichlorobenzoyl, le peroxyde de m-tolyle, le peroxybenzoate de tertio-butyle, le peroxyisophtalate de di-tertio-butyle et le 2,5-diméthyl-2,5-di-
5 (benzoylperoxy)-hexane. Comme composés azoïques, l'azobisisobutyronitrile est utile. En outre, on peut utiliser des composés organo-métalliques tels que le tributylbore.

10 Comme initiateur de polymérisation de type pour photopolymérisation, on utilise des initiateurs de photopolymérisation qui peuvent polymériser la composition de résine pour base de denture sous l'action d'un rayonnement visible présentant une
15 longueur d'onde de 390 à 830 nm. Comme initiateur de polymérisation de type pour photopolymérisation, on utilise généralement une association d'un agent de sensibilisation et d'un agent de réduction. Des exemples de l'agent de sensibilisation comprennent la
20 camphoquinone, le benzile, le diacétyle, le benzyl-diméthylcétal, le benzyldiéthylcétal, le benzyl-di(2-méthoxyéthyl)cétal, le 4,4'-diméthylbenzyl-diméthylcétal, l'anthraquinone, la 1-chloro-anthraquinone, la 2-chloroanthraquinone, la 1,2-benz-anthraquinone, la 1-hydroxyanthraquinone, la 1-méthyl-anthraquinone, la 2-éthylanthraquinone, la 1-bromo-anthraquinone, la thioxanthone, la 2-isopropylthio-xanthone, la 2-nitrothioxanthone, la 2-méthylthio-xanthone, la 2,4-diméthylthioxanthone, la 2,4-diéthyl-thioxanthone, la 2,4-diisopropylthioxanthone, la 2-chloro-7-trifluorométhylthioxanthone, le thioxanthone-10,10-dioxyde, le thioxanthone-10-oxyde, l'éther méthylque de benzoïne, l'éther éthylique de benzoïne, l'éther isopropylique, l'éther isobutylique de
35 benzoïne, la benzophénone, la bis-(4-diméthylamino-phényl)-cétone, la 4,4'-bis-diéthylaminobenzophénone

des dérivés d'oxyde d'acylphosphine, et des composés contenant un groupe azide. Ces agents de sensibilisation peuvent être utilisés seuls ou en mélange.

5 Comme agents de réduction, on utilise généralement des amines tertiaires. Comme amines tertiaires, on préfère le N,N-diméthyl-p-toluidine, le méthacrylate de N,N-diméthylaminoéthyle, la triéthanolamine, le 4-diméthylaminobenzoate de
10 méthyle, le 4-diméthylaminobenzoate d'éthyle et le 4-diméthylaminobenzoate d'isoamyle. Comme autres agents de réduction, on peut citer le peroxyde de benzoyle, des dérivés de sulfinatate de sodium, des composés organo-métalliques, et analogues.

15 De plus, dans la composition de résine pour base de denture conforme à la présente invention, du moment que les caractéristiques d'énergie élastique élevée permettant d'absorber les chocs ne sont pas détériorées, il est possible, si on le désire, de
20 mélanger une charge inorganique comme composé (d) dans le but d'ajuster la dureté ou la résistance à l'usure, ainsi que la viscosité de la pâte. Comme charge inorganique, on peut utiliser les mêmes substances que celles décrites ci-dessus pour la charge inorganique
25 de la charge composite organique-inorganique. Il est souhaité que la charge inorganique soit soumise de manière analogue au préalable à un traitement à base de silane. Par ailleurs, dans cette charge inorganique comme composant (d), il n'est pas nécessaire que le
30 module d'élasticité soit limité à 0,25 à 3,00 GPa. Pour conférer la dureté ou la résistance à l'usure, il est approprié d'utiliser une charge inorganique ayant un module d'élasticité supérieur à 3,00 GPa. De préférence, la quantité du composant (d) à mélanger
35 est comprise entre 1 et 60 % en poids de la composition de résine pour base de denture. Lorsque la

quantité du composant (d) à mélanger est inférieure à 1 % en poids, aucun effet n'est observé à la suite du mélange. D'autre part, lorsqu'elle dépasse 60 % en poids, l'énergie élastique devient faible, et par conséquent cela n'est pas approprié.

Il va sans dire que l'on peut en outre ajouter des inhibiteurs de polymérisation, des agents d'absorption de lumière ultraviolette, des plastifiants, des agents colorants, des pigments, des anti-oxydants, des agents anti-décoloration, des agents tensio-actifs, des fongicides, etc., connus.

Dans le cas où la composition de résine pour base de denture conforme à la présente invention est délivrée sous forme d'un produit, en fonction du but recherché, elle est délivrée après avoir été mise sous forme de pâte unique. C'est-à-dire que dans le cas où il est envisagé de l'utiliser pour la préparation d'une denture de la technique classique, il est approprié que la composition de résine pour base de denture soit délivrée dans un état analogue à une pâte afin de l'introduire dans l'espace du revêtement de gypse. D'autre part, dans le cas où il est envisagé de préparer une denture sur un moulage de gypse directement sans préparation d'une denture de cire, il est approprié de délivrer une association dans laquelle pour la formation d'une portion de denture de base, la composition de résine n'a pratiquement pas une fluidité spontanée dans un état stationnaire ; elle s'écoule facilement lorsqu'elle est appliquée avec une force mais ne s'écoule pas avec excès ; elle présente un état semblable à une pâte ou à de l'argile, de sorte qu'il est facile de lui conférer une forme avec les doigts, etc. ; et elle est délivrée sous la forme d'une barre carrée, d'une baguette, d'une sphère, d'un fer à cheval ou d'une feuille, et dans le cas d'un ajustement minutieux

comme l'ajustement d'un écart avec un collet ou/et une ou plusieurs dents artificielles, la composition de résine est délivrée sous forme d'un gel, afin qu'elle s'écoule légèrement et spontanément, ou présente une
5 légère fluidité à l'état stationnaire. L'ajustement de la fluidité à l'état en pâte unique est généralement réalisé en faisant varier la quantité de la charge à mélanger.

Le procédé de préparation d'une denture
10 directement sur un moulage de gypse en utilisant la composition de résine pour base de denture conforme à la présente invention est mis en œuvre de la manière suivante. C'est-à-dire que, tout d'abord, une empreinte est prise dans la cavité orale, et qu'un
15 moulage de gypse est alors préparé sur la base de l'empreinte ainsi prise ; une partie de base de denture est formée sur le moulage de gypse en utilisant la composition de résine pour base de denture conforme à la présente invention ; le moulage
20 de gypse est monté sur un dispositif d'articulation ; les dents artificielles sont alignées ; une forme est conférée de manière grossière ; et en utilisant la composition de résine pâteuse pour base de denture ayant une certaine fluidité, l'écart avec le collet ou
25 une ou plusieurs dents artificielles est soumis à un remplissage et à une rectification ou une réparation auxiliaire, conférant ainsi la forme finale. Ensuite, la composition de résine pour base de denture est polymérisée et durcie, et finalement soumise à un
30 dégrossissage et un polissage, achevant ainsi la denture.

Par ailleurs, la composition de résine pour base de denture conforme à la présente invention peut être utilisée pour diverses applications différentes de la
35 préparation d'une denture, telles que la préparation d'une plaque de base, la rectification ou la

réparation d'une denture, une prothèse provisoire, et une reconstitution, par l'application de caractéristiques telles qu'elle ait une dureté et une ténacité convenables, et que même lorsqu'on lui applique un choc ou une tension, elle ne soit pas facilement brisée.

L'invention sera décrite en détail ci-dessous par référence aux exemples suivants, mais ne doit pas être considérée comme y étant limitée.

10 **EXEMPLE 1 :**

	Composant (a) : (module d'élasticité : 2,1 GPa)	48,9 % en poids
	• Méthacrylate de tétrahydrofurfuryle	4 % en poids
15	• Diméthacrylate de polybutylèneglycol	4 % en poids
	• Dicarbamate de di-2-méthacryloxy-éthyl-2,2,4-triméthyl-hexaméthylène	64 % en poids
	• Oligomère d'uréthane synthétisé à partir de 2,2'-di-(4-hydroxycyclohexyl)-propane, 2-oxépanone, hexaméthylènediisocyanate, et méthacrylate de 2-hydroxyéthyle	28 % en poids
20		
	Composant (b) : charge organique (module d'élasticité : 2,1 GPa)	50 % en poids
	• Méthacrylate de tétrahydrofurfuryle	4 % en poids
25	• Diméthacrylate de polybutylèneglycol	4 % en poids
	• Dicarbamate de di-2-méthacryloxy-éthyl-2,2,4-triméthyl-hexaméthylène	63 % en poids
	• Oligomère d'uréthane synthétisé à partir de 2,2'-di-(4-hydroxycyclohexyl)-propane, 2-oxépanone, hexaméthylènediisocyanate, et méthacrylate de 2-hydroxyéthyle	28 % en poids
30		
	• Azobisisobutyronitrile	1 % en poids

La composition décrite ci-dessus a été soumise à une polymérisation par la chaleur puis a été broyée

pour préparer une charge organique ayant un diamètre moyen de particules de 100 μm .

Composant (c)

5	• Camphoquinone	0,5 % en poids
	• 4-diméthylaminobenzoate d'éthyle (Inhibiteur de polymérisation)	0,5 % en poids
	• 6-tert-butyl-2,4-xylénol	0,1 % en poids

10 Les composants respectifs ont été pesés, mélangés puis soumis à une désaération pour préparer une composition de résine pâteuse pour base de denture. Les différentes valeurs caractéristiques de la composition de résine pour base de denture ainsi
15 obtenue ont été mesurées en ce qui concerne la résistance à la flexion, le module d'élasticité, l'énergie élastique, et la résistance au choc par des procédés décrits ultérieurement. Les résultats obtenus sont rassemblés et présentés sur le tableau 1.

20 De plus, on a préparé une denture réelle en utilisant cette composition de résine pâteuse pour base de denture. Dans cette opération, puisqu'il n'était pas nécessaire de peser une poudre et un liquide et de mesurer le temps de mélange jusqu'à
25 l'obtention d'une pâte, la série d'opérations était très simple. En outre, pratiquement aucune odeur de monomère n'est apparue. De plus, même lorsque la denture achevée a été fixée pendant un mois, on n'a observé ni décoloration, ni formation de taches, et
30 analogues.

(Résistance à la flexion, module d'élasticité et énergie élastique)

La composition de résine pour base de denture a été pressée dans un moule ayant une taille de
35 2 mm $\times$ 2 mm $\times$ 25 mm en utilisant une feuille de verre par l'intermédiaire de Cellophane, dont les deux

surfaces ont alors été irradiées avec une lumière pendant cinq minutes au moyen d'un appareil d'irradiation de lumière visible (nom commercial : LABOLIGHT LV-II, fabriqué par GC Corporation),
5 effectuant ainsi la polymérisation et le durcissement. L'échantillon ainsi obtenu a été immergé dans de l'eau pendant 24 heures, puis a été soumis à un essai de flexion en trois points espacés de 20 mm, et à une vitesse en tête de 1 mm/min. au moyen d'un appareil
10 d'essai universel (nom commercial : Autograph, fabriqué par Shimadzu Corporation). Les échantillons d'essai étaient au nombre de cinq. La résistance à la flexion a été obtenue à partir d'une tension maximale, le module d'élasticité à partir d'une tangente à une
15 courbe tension-déformation sur le graphique, et l'énergie élastique à partir d'une aire d'une courbe tension-déformation du graphique, respectivement. Les valeurs moyennes ont été calculées à partir des valeurs obtenues.

20 **(Résistance au choc Dynstat)**

La composition de résine pour base de denture a été chargée dans un moule de silicone ayant une taille de 3 mm x 10 mm x 15 mm et irradiée avec une lumière pendant cinq minutes au moyen d'un appareil
25 d'irradiation de lumière visible (nom commercial : LABOLIGHT LV-II, fabrique par GC Corporation). La composition de résine pour base de denture a été retirée du moule, dont les deux surfaces ont alors été irradiées avec une lumière pendant cinq minutes,
30 effectuant ainsi la polymérisation et le durcissement. L'échantillon ainsi obtenu a été soumis à un essai de résistance au choc Dynstat à un angle d'élévation de 90° et une énergie du marteau de 10 kg/cm au moyen d'un appareil d'essai de choc Dynstat (fabriqué par
35 Toyo Seiki Seisaku-Sho, Ltd.). La résistance au choc a été obtenue à partir de la valeur de choc mesurée.

EXEMPLE 2 :

	Composant (a) : (module d'élasticité : 1,8 GPa)	78,9 % en poids
5	• Méthacrylate de tétrahydrofurfuryle	6 % en poids
	• Diméthacrylate de polybutylèneglycol	6 % en poids
	• Dicarbamate de di-2-méthacryloxy-éthyl-2,2,4-triméthyl-hexaméthylène	58 % en poids
10	• Oligomère d'uréthane synthétisé à partir de 2,2'-di-(4-hydroxycyclohexyl)-propane, 2-oxépanone, hexaméthylènediisocyanate, et méthacrylate de 2-hydroxyéthyle	30 % en poids
	Composant (b) : charge organique (module d'élasticité : 2,1 GPa)	20 % en poids
15	• Méthacrylate de tétrahydrofurfuryle	4 % en poids
	• Diméthacrylate de polybutylèneglycol	4 % en poids
	• Dicarbamate de di-2-méthacryloxy-éthyl-2,2,4-triméthyl-hexaméthylène	63 % en poids
20	• Oligomère d'uréthane synthétisé à partir de 2,2'-di-(4-hydroxycyclohexyl)-propane, 2-oxépanone, hexaméthylènediisocyanate, et méthacrylate de 2-hydroxyéthyle	28 % en poids
	• Azobisisobutyronitrile	1 % en poids
25	La composition décrite ci-dessus a été soumise à une polymérisation par la chaleur puis a été broyée pour préparer une charge organique ayant un diamètre moyen de particules de 100 µm.	
30	Composant (c)	
	• Camphoquinone	0,5 % en poids
	• 4-diméthylaminobenzoate d'éthyle (Inhibiteur de polymérisation)	0,5 % en poids
	• 6-tert-butyl-2,4-xylénol	0,1 % en poids

Les composants respectifs ont été pesés, mélangés puis soumis à une désaération pour préparer une composition de résine pâteuse pour base de denture. En utilisant la composition de résine pour
 5 base de denture ainsi obtenue, les différentes valeurs caractéristiques ont été mesurées de la même manière que dans l'Exemple 1. Les résultats obtenus sont rassemblés et présentés sur le tableau 1.

De plus, on a préparé une denture en utilisant
 10 cette composition de résine pâteuse pour base de denture de la même manière que dans l'Exemple 1. Dans cette opération, puisqu'il n'était pas nécessaire de peser une poudre et un liquide et de mesurer le temps de mélange jusqu'à l'obtention d'une pâte, la série
 15 d'opérations était très simple. En outre, pratiquement aucune odeur de monomère n'est apparue. De plus, même lorsque la denture achevée était fixée pendant un mois, on n'a observé ni décoloration, ni formation de taches, et analogues.

20 **EXEMPLE 3 :**

	Composant (a) : (module d'élasticité : 1,4 GPa)	48,9 % en poids
	• Diméthacrylate de néopentylglycol	4 % en poids
25	• Diméthacrylate de polybutylèneglycol	4 % en poids
	• Dicarbamate de di-2-méthacryloxy-éthyl-2,2,4-triméthyl-hexaméthylène	50 % en poids
	• Oligomère d'uréthane synthétisé à partir de 2,2'-di-(4-hydroxycyclohexyl)-propane, 2-oxépanone, hexaméthylènediisocyanate, et	42 % en poids
30	méthacrylate de 2-hydroxyéthyle	

	Composant (b) : charge organique (module d'élasticité : 2,5 GPa)	50 % en poids
	• Composant (a) tel que décrit ci-dessus	69,5 % en poids
5	• Azobisisobutyronitrile	0,5 % en poids
	• Silice ultrafine	30 % en poids

10 Le mélange comprenant les composants décrits ci-dessus a été soumis à une polymérisation par la chaleur en vue de son durcissement, puis a été broyé pour préparer une charge composite organique-inorganique ayant un diamètre moyen de particules de 120 µm.

15	Composant (c)	
	• Camphoquinone	0,5 % en poids
	• 4-diméthylaminobenzoate d'éthyle (Inhibiteur de polymérisation)	0,5 % en poids
20	• 6-tert-butyl-2,4-xylénol	0,1 % en poids

25 Les composants respectifs ont été pesés, mélangés puis soumis à une désaération pour préparer une composition de résine pâteuse pour base de denture. En utilisant la composition de résine pour base de denture ainsi obtenue, les différentes valeurs caractéristiques ont été mesurées de la même manière que dans l'Exemple 1. Les résultats obtenus sont rassemblés et présentés sur le tableau 1.

30 De plus, on a préparé une denture en utilisant cette composition de résine pâteuse pour base de denture de la même manière que dans l'Exemple 1. Dans cette opération, puisqu'il n'était pas nécessaire de peser une poudre et un liquide et de mesurer le temps de mélange jusqu'à l'obtention d'une pâte, la série
35 d'opérations était très simple. En outre, pratiquement

aucune odeur de monomère n'est apparue. De plus, même lorsque la denture achevée était fixée pendant un mois, on n'a observé ni décoloration, ni formation de taches, et analogues.

5 **EXEMPLE 4 :**

	Composant (a) : (module d'élasticité : 1,4 GPa)	48,9 % en poids
	• Méthacrylate de tétrahydrofurfuryle	6 % en poids
10	• Diméthacrylate de polybutylèneglycol	4 % en poids
	• Dicarbamate de di-2-méthacryloxy-éthyl-2,2,4-triméthyl-hexaméthylène	50 % en poids
	• Oligomère d'uréthane synthétisé à partir de 2,2'-di-(4-hydroxycyclohexyl)-propane, 2-oxépanone, hexaméthylènediisocyanate, et acrylate de 2-hydroxyéthyle	40 % en poids
15		
	Composant (b) : charge composite organique-inorganique (module d'élasticité : 1,8 GPa)	40 % en poids
20	• Diméthacrylate de polybutylèneglycol	4 % en poids
	• Dicarbamate de di-2-méthacryloxy-éthyl-2,2,4-triméthyl-hexaméthylène	41,5 % en poids
	• Oligomère d'uréthane synthétisé à partir de 2,2'-di-(4-hydroxycyclohexyl)-propane, 2-oxépanone, hexaméthylènediisocyanate, et acrylate de 2-hydroxyéthyle	39 % en poids
25		
	• Azobisisobutyronitrile	0,5 % en poids
	• Poudre de quartz soumise à un traitement de surface avec du vinyl-trichlorosilane	15 % en poids

30

Le mélange comprenant les composants décrits ci-dessus a été soumis à une polymérisation par la chaleur pour son durcissement, puis a été broyé pour préparer une charge mixte organique-inorganique ayant un diamètre moyen de particules de 120 µm.

35

Composant (c)

- Camphoquinone 0,5 % en poids
- 4-diméthylaminobenzoate d'éthyle 0,5 % en poids

Composant (d)

- 5 • Poudre de quartz soumise à un traitement de surface avec du vinyl-trichlorosilane 10 % en poids
(module d'élasticité : 95 GPa)
(Inhibiteur de polymérisation)
- 10 • 6-tert-butyl-2,4-xylénol 0,1 % en poids

Les composants respectifs ont été pesés, mélangés puis soumis à une désaération pour préparer une composition de résine pâteuse pour base de denture. En utilisant la composition de résine pour base de denture ainsi obtenue, les différentes valeurs caractéristiques ont été mesurées de la même manière que dans l'Exemple 1. Les résultats obtenus sont rassemblés et présentés sur le tableau 1.

De plus, on a préparé une denture en utilisant cette composition de résine pâteuse pour base de denture de la même manière que dans l'Exemple 1. Dans cette opération, puisqu'il n'était pas nécessaire de peser une poudre et un liquide et de mesurer le temps de mélange jusqu'à l'obtention d'une pâte, la série d'opérations était très simple. En outre, pratiquement aucune odeur de monomère n'est apparue. De plus, même lorsque la denture achevée était fixée pendant un mois, on n'a observé ni décoloration, ni formation de taches, et analogues.

EXEMPLE 5 :

5	Composant (a) : (module d'élasticité : 0,7 GPa)	39,75 % en poids
	• Diméthacrylate de polybutylèneglycol	20 % en poids
	• Dicarbamate de di-2-méthacryloxy-éthyl-2,2,4-triméthyl-hexaméthylène	40 % en poids
10	• Oligomère d'uréthane synthétisé à partir de 2,2'-di-(4-hydroxycyclohexyl)-propane, 2-oxépanone, hexaméthylènediisocyanate, et méthacrylate de 2-hydroxyéthyle	40 % en poids
15	Composant (b) : charge composite organique-inorganique (module d'élasticité : 1,5 GPa)	40 % en poids
	• Composant (a) tel que décrit ci-dessus	79,5 % en poids
	• Azobisisobutyronitrile	0,5 % en poids
	• Silice ultrafine	20 % en poids
20	Le mélange comprenant les composants décrits ci-dessus a été soumis à une polymérisation par la chaleur en vue de son durcissement, puis a été broyé pour préparer une charge composite organique-inorganique ayant un diamètre moyen de particules de 120 µm.	
25	Composant (c)	
	• Peroxyde de benzoyle	0,15 % en poids
30	Composant (d)	
	• Poudre de quartz soumise à un traitement de surface avec du vinyl-trichlorosilane	20 % en poids
	(module d'élasticité : 95 GPa)	
	(Inhibiteur de polymérisation)	
35	• 6-tert-butyl-2,4-xylénol	0,1 % en poids

Les composants respectifs ont été pesés, mélangés puis soumis à une désaération pour préparer une composition de résine pâteuse pour base de denture. En utilisant la composition de résine pour base de denture ainsi obtenue, les différentes valeurs caractéristiques, y compris la résistance à la flexion, le module d'élasticité et l'énergie élastique et la résistance au choc, ont été mesurées de la même manière que dans l'Exemple 1, à l'exception du fait que la composition de résine pour base de denture a été chauffée dans de l'eau chaude à 70 °C pendant 90 minutes, puis dans de l'eau chaude à 100 °C pendant 30 minutes, ce qui a permis d'effectuer la polymérisation et le durcissement. Les résultats obtenus sont rassemblés et présentés sur le tableau 1.

De plus, on a introduit cette composition de résine pâteuse pour base de denture dans une cavité formée dans un revêtement à l'intérieur d'un flacon, on a chauffé dans de l'eau chaude à 70 °C pendant 90 minutes, puis on a chauffé en vue de la polymérisation dans de l'eau chaude à 100 °C pendant 30 minutes, pour préparer une denture. Dans cette opération, puisqu'il n'était pas nécessaire de peser une poudre et un liquide et de mesurer le temps de mélange jusqu'à l'obtention d'une pâte, la série d'opérations était très simple. En outre, pratiquement aucune odeur de monomère n'est apparue. De plus, même lorsque la denture achevée était fixée pendant un mois, on n'a observé ni décoloration, ni formation de taches, et analogues.

EXEMPLE 6 :

5	Composant (a) : (module d'élasticité : 1,9 GPa)	44,75 % en poids
	• Diméthacrylate de néopentylglycol	22 % en poids
	• Diméthacrylate de polybutylèneglycol	10 % en poids
	• Dicarbamate de di-2-méthacryloxy-éthyl-2,2,4-triméthyl-hexaméthylène	46 % en poids
10	• Oligomère d'uréthane synthétisé à partir de 1,3-butanediol, hexaméthylènediisocyanate, et méthacrylate de 2-hydroxyéthyle	22 % en poids
15	Composant (b) : charge composite organique-inorganique (module d'élasticité : 2,3 GPa)	55 % en poids
	• Composant (a) tel que décrit ci-dessus	89,5 % en poids
	• Azobisisobutyronitrile	0,5 % en poids
20	• Poudre de silice traitée avec du γ -méthacryloxypropyltriméthoxysilane	10 % en poids
25	Le mélange comprenant les composants décrits ci-dessus a été soumis à une polymérisation par la chaleur en vue de son durcissement, puis a été broyé pour préparer une charge composite organique-inorganique ayant un diamètre moyen de particules de 100 μm.	
30	Composant (c) • Peroxyde de benzoyle (Inhibiteur de polymérisation)	0,15 % en poids
	• 6-tert-butyl-2,4-xylénol	0,1 % en poids

35 Les composants respectifs ont été pesés, mélangés puis soumis à une désaération pour préparer une composition de résine pâteuse pour base de

denture. En utilisant la composition de résine pour base de denture ainsi obtenue, les différentes valeurs caractéristiques ont été mesurées de la même manière que dans l'Exemple 5. Les résultats obtenus sont rassemblés et présentés sur le tableau 1.

De plus, on a préparé une denture en utilisant cette composition de résine pâteuse pour base de denture de la même manière que dans l'Exemple 5. Dans cette opération, puisqu'il n'était pas nécessaire de peser une poudre et un liquide et de mesurer le temps de mélange jusqu'à l'obtention d'une pâte, la série d'opérations était très simple. En outre, pratiquement aucune odeur de monomère n'est apparue. De plus, même lorsque la denture achevée était fixée pendant un mois, on n'a observé ni décoloration, ni formation de taches, et analogues.

EXEMPLE 7 :

20	Composant (a) : (module d'élasticité : 1,2 GPa)	68,9 % en poids
	• Oligomère d'uréthane synthétisé à partir de 2,2'-di(4-hydroxycyclohexyl)propane, 2-oxépanone, hexaméthylènediisocyanate, et méthacrylate de 2-hydroxyéthyle	100 % en poids
25	Composant (b) : charge composite organique-inorganique (module d'élasticité : 2,6 GPa)	30 % en poids
	• Oligomère d'uréthane synthétisé à partir de 2,2'-di(4-hydroxycyclohexyl)propane, 2-oxépanone, hexaméthylènediisocyanate et méthacrylate de 2-hydroxyéthyle	79 % en poids
30	• Poudre de silice traitée avec du γ -méthacryloxypropyltriméthoxysilane	20 % en poids
	• Azobisisobutyronitrile	1 % en poids

La composition décrite ci-dessus a été soumise à une polymérisation par la chaleur, puis a été broyée pour préparer une charge composite organique-inorganique ayant un diamètre moyen de particules de 100 µm.

Composant (c)

	• Camphoquinone	0,5 % en poids
	• 4-diméthylaminobenzoate d'éthyle (Inhibiteur de polymérisation)	0,5 % en poids
10	• 6-tert-butyl-2,4-xylénol	0,1 % en poids

Les composants respectifs ont été pesés, mélangés puis soumis à une désaération pour préparer une composition de résine pâteuse pour base de denture. En utilisant la composition de résine pour base de denture ainsi obtenue, les différentes valeurs caractéristiques ont été mesurées de la même manière que dans l'Exemple 1. Les résultats obtenus sont rassemblés et présentés sur le tableau 1.

De plus, on a préparé une denture en utilisant cette composition de résine pâteuse pour base de denture de la même manière que dans l'Exemple 1. Dans cette opération, puisqu'il n'était pas nécessaire de peser une poudre et un liquide et de mesurer le temps de mélange jusqu'à l'obtention d'une pâte, la série d'opérations était très simple. En outre, pratiquement aucune odeur de monomère n'est apparue. De plus, même lorsque la denture achevée était fixée pendant un mois, on n'a observé ni décoloration, ni formation de taches, et analogues.

EXEMPLE COMPARATIF 1

On a utilisé, comme composition de résine pour base de denture de type poudre-liquide de la technique classique, une résine pour base de denture (nom commercial : GC ACRON, fabriquée par GC Corporation).

Conformément aux instructions figurant dans la description, la poudre et le liquide ont été pesés, puis mélangés l'un à l'autre. Ensuite, la matière mixte a été laissée au repos pendant 30 minutes, jusqu'à ce qu'elle parvienne à un état analogue à une pâte. Puis on a mesuré la résistance à la flexion, le module d'élasticité, l'énergie élastique et la résistance au choc de la même manière que dans l'Exemple 5. Les résultats obtenus sont rassemblés et présentés sur le tableau 1.

En outre, une base de denture a alors été préparée de la même manière que dans l'Exemple 5. En résultat, les opérations nécessaires jusqu'à ce que la matière parvienne à un état analogue à une pâte étaient compliquées, et une odeur de monomère désagréable est apparue au cours des opérations. Il était donc nécessaire de conduire les opérations sous ventilation. Lorsque la denture achevée a été fixée pendant un mois, une décoloration a été observée dans de minuscules parties irrégulières de la surface.

EXEMPLE COMPARATIF 2 :

Composant (a) : (module d'élasticité : 2,8 GPa)	28,9 % en poids
• Méthacrylate de tétrahydrofurfuryle	6 % en poids
• Diméthacrylate de polybutylèneglycol	10 % en poids
• Dicarbamate de di-2-méthacryloxy-éthyl-2,2,4-triméthyl-hexaméthylène	94 % en poids

	Composant (b) : charge composite organique-inorganique (module d'élasticité : 5,4 GPa), préparé à partir de	25 % en poids
5	• 2,2-bis-(4-méthacryloxy-polyéthoxy-phényl)-propane	49 % en poids
	• Diméthacrylate de triéthylène-glycol	20,5 % en poids
	• Azobisisobutyronitrile	0,5 % en poids
	• Silice	30 % en poids
10	Le mélange comprenant les composants décrits ci-dessus a été soumis à une polymérisation par la chaleur en vue de son durcissement, puis a été broyé pour préparer une charge composite organique-inorganique ayant un diamètre moyen de particules de 100 µm.	
15	Composant (c)	
	• Camphoquinone	0,5 % en poids
20	• 4-diméthylaminobenzoate d'éthyle	0,5 % en poids
	Composant (d)	
	• Poudre de quartz (module d'élasticité : 95 GPa)	20 % en poids
	• Poudre de silice (module d'élasticité : 82 GPa)	25 % en poids
25	(Inhibiteur de polymérisation)	
	• 6-tert-butyl-2,4-xylénol	0,1 % en poids

Les composants respectifs ont été pesés, mélangés puis soumis à une désaération pour préparer une composition de résine pâteuse pour base de denture. En utilisant la composition de résine pour base de denture ainsi obtenue, les différentes valeurs caractéristiques ont été mesurées de la même manière que dans l'Exemple 1. Les résultats obtenus sont rassemblés et présentés sur le tableau 1. De plus, on

a préparé une base de denture de la même manière que dans l'Exemple 1. Lorsqu'on a laissé tomber la base de denture ainsi préparée, elle s'est brisée facilement.

EXEMPLE COMPARATIF 3 :

5	Composant (a) : (module d'élasticité : 1,8 GPa)	78,9 % en poids
	• Méthacrylate de tétrahydrofurfuryle	6 % en poids
	• Diméthacrylate de polybutylèneglycol	6 % en poids
10	• Dicarbamate de di-2-méthacryloxy-éthyl-2,2,4-triméthyl-hexaméthylène	58 % en poids
	• Oligomère d'uréthane synthétisé à partir de 2,2'-di(4-hydroxycyclohexyl)propane, 2-oxépanone, hexaméthylènediisocyanate et méthacrylate de 2-hydroxyéthyle	30 % en poids
15	Composant (b) : charge composite organique-inorganique (module d'élasticité : 5,4 GPa), préparé à partir de	20 % en poids
	• 2,2-bis-(4-méthacryloxy-polyéthoxy-phényl)-propane	49 % en poids
20	• Diméthacrylate de triéthylèneglycol	20,5 % en poids
	• Azobisisobutyronitrile	0,5 % en poids
	• Poudre fine de silice	30 % en poids
25	Le mélange comprenant les composants décrits ci-dessus a été soumis à une polymérisation par la chaleur en vue de son durcissement, puis a été broyé pour préparer une charge composite organique-inorganique ayant un diamètre moyen de particules de	
30	120 µm.	
	Composant (c)	
	• Camphoquinone	0,5 % en poids
35	• 4-diméthylaminobenzoate d'éthyle (Inhibiteur de polymérisation)	0,5 % en poids

- 6-tert-butyl-2,4-xylénol 0,1 % en poids

Les composants respectifs ont été pesés, mélangés puis soumis à une désaération pour préparer une composition de résine pâteuse pour base de denture. En utilisant la composition de résine pour base de denture ainsi obtenue, les différentes valeurs caractéristiques ont été mesurées de la même manière que dans l'Exemple 1. Les résultats obtenus sont rassemblés et présentés sur le tableau 1. De plus, on a préparé une base de denture de la même manière que dans l'Exemple 1. Lorsqu'on a laissé tomber la base de denture ainsi préparée, elle s'est brisée facilement.

EXEMPLE COMPARATIF 4 :

15	Composant (a) : (module d'élasticité : 1,4 GPa)	48,9 % en poids
	• Méthacrylate de néopentylglycol	4 % en poids
	• Diméthacrylate de polybutylèneglycol	4 % en poids
20	• Dicarbamate de di-2-méthacryloxy-éthyl-2,2,4-triméthyl-hexaméthylène	50 % en poids
	• Oligomère d'uréthane synthétisé à partir de 2,2'-di(4-hydroxycyclohexyl)propane, 2-oxépanone, hexaméthylènediisocyanate et méthacrylate de 2-hydroxyéthyle	42 % en poids
25	Composant (b) : charge composite organique-inorganique (module d'élasticité : 3,2 GPa)	50 % en poids
	• Dicarbamate de di-2-méthacryloxy-éthyl-2,2,4-triméthylhexaméthylène	40 % en poids
30	• Diméthacrylate de triéthylèneglycol	40 % en poids
	• Azobisisobutyronitrile	0,5 % en poids
	• Silice ultrafine	19,5 % en poids

Le mélange comprenant les composants décrits ci-dessus a été soumis à une polymérisation par la

chaleur en vue de son durcissement, puis a été broyé pour préparer une charge composite organique-inorganique ayant un diamètre moyen de particules de 120 µm.

5

Composant (c)

- Camphoquinone 0,5 % en poids
- 4-diméthylaminobenzoate d'éthyle 0,5 % en poids
(Inhibiteur de polymérisation)
- 10 • 6-tert-butyl-2,4-xylénol 0,1 % en poids

Les composants respectifs ont été pesés, mélangés puis soumis à une désaération pour préparer une composition de résine pâteuse pour base de denture. En utilisant la composition de résine pour base de denture ainsi obtenue, les différentes valeurs caractéristiques ont été mesurées de la même manière que dans l'Exemple 1. Les résultats obtenus sont rassemblés et présentés sur le tableau 1. De plus, on a préparé une base de denture de la même manière que dans l'Exemple 1. Lorsqu'on a laissé tomber la base de denture ainsi préparée, elle s'est brisée facilement.

15

20

EXEMPLE COMPARATIF 5 :

- 25 Composant (a) : (module d'élasticité : 49,75 % en poids
0,7 GPa)
- Diméthacrylate de polybutylèneglycol 20 % en poids
 - Dicarbamate de di-2-méthacryloxy-éthyl-2,2,4-triméthyl-hexaméthylène 40 % en poids
 - 30 • Oligomère d'uréthane synthétisé à partir de 2,2'-di(4-hydroxycyclohexyl)propane, 2-oxépanone, hexaméthylènediisocyanate et acrylate de 2-hydroxyéthyle 40 % en poids

35

Composant (d) :

- Silice (module d'élasticité : 82 GPa) 30 % en poids
- 5 • Poudre de quartz (module d'élasticité : 95 GPa) 20 % en poids

Composant (c)

- Peroxyde de benzoyle 0,15 % en poids
(Inhibiteur de polymérisation)
- 10 • 6-tert-butyl-2,4-xylénol 0,1 % en poids

15 Les composants respectifs ont été pesés, mélangés puis soumis à une désaération pour préparer une composition de résine pâteuse pour base de denture. En utilisant la composition de résine pour base de denture ainsi obtenue, les différentes valeurs caractéristiques ont été mesurées de la même manière que dans l'Exemple 1. Les résultats obtenus sont rassemblés et présentés sur le tableau 1. De plus, on 20 a préparé une base de denture de la même manière que dans l'Exemple 1. Lorsqu'on a laissé tomber la base de denture ainsi préparée, elle s'est brisée facilement.

25

30

35

TABLEAU 1

	Résistance à la flexion (MPa)	Module d'élasticité (GPa)	Energie élastique (MPa)	Résistance au choc (kg.cm/cm ²)
Exemple 1	90	2,3	3,5	11,5
Exemple 2	85	1,8	4,3	12,5
Exemple 3	80	2,1	5,8	13,8
Exemple 4	81	2,0	3,8	11,1
Exemple 5	86	2,7	3,2	9,5
Exemple 6	91	2,5	3,5	10,5
Exemple 7	79	1,9	3,1	9,8
Exemple Comparatif 1	65	2,5	0,9	6,1
Exemple Comparatif 2	90	6,5	1,2	3,2
Exemple Comparatif 3	42	3,5	0,4	3,5
Exemple Comparatif 4	69	2,6	1,1	4,2
Exemple Comparatif 5	70	3,9	1,2	4,1

De la manière décrite ci-dessus en détail, la composition de résine pour base de denture conforme à la présente invention est sous forme de pâte unique. Par conséquent, elle ne nécessite pas d'opérations compliquées comme pour les compositions de résine pour base de denture de la technique classique, dans lesquelles on pèse une poudre et un liquide, on les mélange l'un à l'autre, puis le mélange mixte est laissé au repos pendant une certaine période de temps jusqu'à ce qu'il parvienne à un état analogue à une pâte. En outre, puisque la composition de résine pour base de denture conforme à la présente invention est rendue pâteuse au préalable, de manière à avoir une viscosité analogue à celle des compositions analogues à une pâte, il est possible de préparer une denture directement sur un moulage de gypse. De plus, la composition de résine pour base de denture conforme à la présente invention est supérieure en ce qui

concerne les caractéristiques de résistance à la flexion et d'énergie élastique, et il est par conséquent possible de préparer une denture ayant une résistance au choc supérieure telle que même lorsqu'on
5 lui applique un choc ou une tension, comme dans le cas où on la laisse tomber, la denture n'est pas aisément brisée. En outre, puisque l'état analogue à une pâte est maintenu jusqu'à ce qu'une chaleur ou une lumière ait été appliquée, la capacité de traitement est
10 extrêmement supérieure, et l'on obtient une denture qui a des caractéristiques inférieures en ce qui concerne la formation de taches et la décoloration par incorporation de bulles d'air. Ainsi, l'invention est extrêmement intéressante par sa contribution à la
15 guérison des affections dentaires.

Bien que l'invention ait été décrite en détail et par référence à des formes de réalisation spécifiques de celle-ci, il apparaîtra clairement à l'homme de l'art que divers changements et
20 modifications peuvent y être apportés sans s'écarter de l'esprit et du cadre de la présente invention.

25

30

35

REVENDICATIONS

1. Composition de résine pour base de denture à l'état de pâte unique, comprenant :

5 (a) un monomère et/ou un oligomère polymérisable(s) ayant un module d'élasticité à la polymérisation de 0,25 à 3,00 GPa,

(b) une charge organique et/ou une charge composite organique-inorganique ayant un module d'élasticité de 0,25 à 3,00 GPa ; et

10 (c) un initiateur de polymérisation comprenant un initiateur de polymérisation du type pour polymérisation par la chaleur et/ou un initiateur de polymérisation du type pour photopolymérisation.

2. Composition de résine pour base de denture selon la revendication 1, dans laquelle :

15 la valeur de mélange du monomère et/ou de l'oligomère polymérisable(s) (a) ayant un module d'élasticité à la polymérisation de 0,25 à 3,00 GPa est de 15 à 95 % en poids ;

20 la valeur de mélange de la charge organique et/ou de la charge composite organique-inorganique (b) ayant un module d'élasticité de 0,25 à 3,00 GPa est de 1 à 75 % en poids ; et

25 la valeur de mélange de l'initiateur de polymérisation (c) comprenant un initiateur de polymérisation de type polymérisation par la chaleur et/ou un initiateur de polymérisation de type photopolymérisation est de 0,05 à 5 % en poids.

3. Composition de résine pour base de denture selon la revendication 1 ou 2, dans laquelle 1 à 60 % en poids du composé (d) sont en outre ajoutés en tant que charge inorganique.

ABREGE

COMPOSITION DE RESINE POUR BASE DE DENTURE

Il est proposé une composition de résine pour denture qui ne nécessite pas d'opérations de pesage et de mélange au cours de l'utilisation ; est exempte de tout entraînement de bulles d'air ; et lorsqu'on l'utilise pour la préparation d'une base de denture, ne présente pas de réduction de ses propriétés physiques, ni formation de taches ou décoloration au cours du temps. En outre, la denture achevée a une valeur d'énergie élastique élevée, est supérieure en ce qui concerne la résistance au choc, et lorsqu'on qu'un choc ou une tension lui est appliqué, comme dans le cas où on la laisse tomber, ne se brise par facilement. La composition de résine pour base de denture est à l'état de pâte unique et est préparée à partir de (a) un monomère et/ou un oligomère polymérisable(s) ayant un module d'élasticité à la polymérisation de 0,25 à 3,00 GPa, (b) une charge organique et/ou une charge composite organique-inorganique ayant un module d'élasticité de 0,25 à 3,00 GPa, et (c) un initiateur de polymérisation comprenant un initiateur de polymérisation du type pour polymérisation par la chaleur et/ou un initiateur de polymérisation du type pour photopolymérisation, et, facultativement, (d) une charge inorganique.

30

35



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

BO 8356
BE 200100605

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.7)
A	DE 198 41 205 A (G C DENTAL IND CORP) 11 mars 1999 (1999-03-11) * page 3, ligne 34 - ligne 45 * ---	1-3	A61K6/083 A61K6/09 .
A	EP 0 630 640 A (DENTSPLY INT INC) 28 décembre 1994 (1994-12-28) * revendications; exemples * ---	1-3	
A	EP 0 427 300 A (DENTSPLY INT INC) 15 mai 1991 (1991-05-15) -----		
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.7)
			A61K
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
12 décembre 2002		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			

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

BO 8356
BE 200100605

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.

12-12-2002

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
DE 19841205 A	11-03-1999	JP 11079925 A	23-03-1999
		BE 1013615 A5	07-05-2002
		DE 19841205 A1	11-03-1999
		US 6136881 A	24-10-2000
EP 0630640 A	28-12-1994	US 5502087 A	26-03-1996
		AU 6477294 A	05-01-1995
		AU 6477394 A	05-01-1995
		CA 2124426 A1	24-12-1994
		CA 2126541 A1	24-12-1994
		DE 69426093 D1	16-11-2000
		DE 69426093 T2	10-05-2001
		EP 0630640 A1	28-12-1994
		EP 0630641 A1	28-12-1994
		ES 2152276 T3	01-02-2001
		JP 7145017 A	06-06-1995
		JP 7145018 A	06-06-1995
		US 5554665 A	10-09-1996
EP 0427300 A	15-05-1991	US 4551486 A	05-11-1985
		US 4711913 A	08-12-1987
		AU 581862 B2	09-03-1989
		AU 3419984 A	23-05-1985
		BR 8405826 A	17-09-1985
		CA 1262388 A1	17-10-1989
		EP 0142747 A2	29-05-1985
		EP 0427300 A1	15-05-1991
		JP 2594775 B2	26-03-1997
		JP 7286018 A	31-10-1995
		JP 2510487 B2	26-06-1996
		JP 60173058 A	06-09-1985
		US 4863977 A	05-09-1989
		US 5210109 A	11-05-1993
		ZA 8408878 A	29-01-1986