(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0091818
(43) 공개일자 2020년07월31일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
A61K 6/833 (2020.01) *A61C 13/08* (2006.01)
A61C 13/083 (2006.01) *C03C 4/00* (2006.01)
(52) CPC특허분류
A61K 6/833 (2020.01)
A61C 13/082 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2020-0007992
(22) 출원일자 2020년01월21일
심사청구일자 없음
(30) 우선권주장
JP-P-2019-009167 2019년01월23일 일본(JP)

(71) 출원인
소후 인코포레이티드
일본 교토 교토시 히가시야마쿠 후쿠이네 카미타카마츠쵸우 11
(72) 발명자
가와타 케이타
(605-0983) 일본국 교토후 교토시 히가시야마구 후쿠이네 가미타카마츠쵸 11반치 소후 인코포레이티드 내
고노 켄지
(605-0983) 일본국 교토후 교토시 히가시야마구 후쿠이네 가미타카마츠쵸 11반치 소후 인코포레이티드 내
(74) 대리인
정영선

전체 청구항 수 : 총 2 항

(54) 발명의 명칭 **도포성이 우수한 치과용 도재 페이스트**

(57) 요 약

장기간 페이스트 상태를 유지할 수 있으며, 우수한 도포성을 갖고, 소성시 유기 성분 또는 고분자 성분의 영향에 의한 탄화나 기포가 거의 발생하지 않는 치과용 도재 페이스트를 제공한다. 본 발명은 치과 보철 장치를 제작하기 위한 치과용 도재 페이스트로서, 최대 입자 직경이 100㎛ 이하이며, 평균 입자 직경이 1~20㎛인 유리 분말(a)을 50.0~80.0wt%, 평균 1차 입자 직경이 1~50㎚인 소수화 미립자 실리카(b)를 0.5~10.0wt%, 및 끓는점(bp)이 100~300℃인 유기 용제(c)를 10.0~49.5wt% 포함하는 것을 특징으로 하는 치과용 도재 페이스트이다.

(52) CPC특허분류
A61C 13/083 (2013.01)
C03C 4/0021 (2013.01)

명 세 서

청구범위

청구항 1

치과 보철 장치를 제작하기 위한 치과용 도재 페이스트로서,

최대 입자 직경이 100㎛ 이하이며, 평균 입자 직경이 1~20㎛인 유리 분말(a)을 50.0~80.0wt%,

평균 1차 입자 직경이 1~50㎚인 소수화 미립자 실리카(b)를 0.5~10.0wt%, 및

끓는점(bp)이 100~300℃인 유기 용제(c)를 10.0~49.5wt% 포함하는 것을 특징으로 하는 치과용 도재 페이스트.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

착색재(d) 및/또는 형광재(e)를 추가로 포함하는 치과용 도재 페이스트.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 인공 치아 등의 치과 보철 장치에 사용되며, 치과 기공사의 수작업에 의한 도재 축성시에 있어서 바람직하게 사용되는 치과용 도재 또는 치과 세라믹스용 착색 재료를 페이스트상으로 한 치과용 도재 페이스트에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 치과용 도재는 장석 등을 원료로 한 유리 세라믹스 재료이며, 주로 결손 치아의 치관 보철 수복에 사용된다. 사용 방법에 따라 분류하면, 금속제 프레임 상에 소부하는 메탈 본드용 도재, 지르코니아제 프레임 상에 소부하는 지르코니아용 도재, 또는 치과용 도재 단독으로 제작하는 보철 장치가 있다.

[0003] 또한, 치과 세라믹스용 착색 재료는 치과용 도재와 동일하게, 유리 재료 또는 유리 세라믹스 재료를 베이스로 하여, 다양한 착색재 성분(안료)을 배합시키고 있다. 치과용 도재나 치과용 세라믹스 재료(알루미나, 지르코니아 등)의 색조 조정에 사용되는 것이다.

[0004] 특허문헌 1에는, 불투명 도재로서 치과용 코핑에 대한 사용에 적절한 페이스트가 개시되어 있고, 불투명 도재와 우레탄 폴리머의 수용성 콜로이드상 분산액으로 이루어진다. 우레탄 폴리머의 수용성 콜로이드상 분산액으로 페이스트화함으로써, 바디 도재층을 축성하기 전에 소성할 필요가 없는 것을 특징으로 하고 있다.

[0005] 그러나, 우레탄 폴리머는 도재 소성 조건에서는 완전히 소각되지 못하여 탄화나 기포가 발생했다. 또한, 본 기술에서는 균일한 도포가 곤란했다.

[0006] 특허문헌 2에는, 불투명 세라믹 페이스트가 개시되어 있고, 약 2㎛ 미만 입자를 약 10~20% 포함하는 세라믹 분말과 끓는점 300℃ 미만의 유기 용제를 혼합함으로써 조정한다.

[0007] 그러나, 이 불투명 세라믹 페이스트는 우수한 도포성을 유지하면서 경년 열화에 의한 분말과 액 성분의 분리를 억제하는 것이 곤란했다.

[0008] 특허문헌 3에는, 사용시 건조·고화하기 어려운 치과용 페이스트상 도재가 개시되어 있다. 고분자 재료를 용해시킨 점도가 50,000~1,500,000cps의 유기 용제를 7~45중량부와 잔부의 도재 분말로 100중량부가 되도록 혼합되어, 페이스트상을 나타내고 있는 것을 특징으로 하고 있다.

[0009] 그러나, 고분자 재료를 용해한 고점도 유기 용제를 사용하면 도재 소성시 완전히 소각되지 못하여 탄화나 기포가 발생했다. 또한, 본 기술에서는 균일한 도포가 곤란했다.

[0010] 특허문헌 4에는, 소성 전후의 색차를 억제할 수 있는 페이스트상 치과용 도재가 개시되어 있고, 소성시 탈색되는 착색제, 유기 용제 및 표면 처리된 도재 분말을 포함하는 것을 특징으로 하고 있다.

[0011] 그러나, 본기술에서는, 소성시 완전히 소각되지 못하여 탄화나 기포가 발생했다. 또한, 균일한 도포가 곤란했다.

[0012] 어느 선행 기술도 도포성이 우수한 페이스트 상태를 장기간 유지하면서, 소성시 유기 성분이나 고분자 성분의 소성 잔여물에 의한 탄화나 기포의 억제를 달성할 수 없었다.

선행기술문헌

특허문헌

[0013] (특허문헌 0001) 일본 공개특허공보 소59-196807호

(특허문헌 0002) 일본 공개특허공보 평01-125312호

(특허문헌 0003) 일본 공개특허공보 2001-079019호

(특허문헌 0004) 일본 공개특허공보 2017-193492호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0014] 장기간 페이스트 상태를 유지할 수 있으며, 우수한 도포성을 갖고, 소성시 유기 성분 또는 고분자 성분의 영향에 의한 탄화나 기포가 거의 발생하지 않는 치과용 도재 페이스트를 제공한다.

과제의 해결 수단

[0015] 본 발명은, 치과 보철 장치를 제작하기 위한 치과용 도재 페이스트로서, 최대 입자 직경이 100㎛ 이하로서 평균 입자 직경이 1~20㎛인 유리 분말(a)을 50.0~80.0wt%, 평균 1차 입자 직경이 1~50㎚인 소수화 미립자 실리카(b)를 0.5~10.0wt%, 및 끓는점(bp)이 100~300℃인 유기 용제(c)를 10.0~49.5wt% 포함하는 것을 특징으로 하는 치과용 도재 페이스트이다.

[0016] 본 발명에 있어서 최대 입자 직경이란, 전체 입자 중에서 가장 큰 입자의 직경이다. 유리 분말의 최대 입자 직경은 레이저 회절·산란법, 동적 광산란법, 원심 침강법, 전기적 검지체법 등을 이용한 측정에 의해 구할 수 있다.

[0017] 본 발명에 있어서 평균 입자 직경이란, 전체 입자 직경의 평균값이다. 유리 분말의 평균 입자 직경은 레이저 회절·산란법, 동적 광산란법, 원심 침강법, 전기적 검지체법 등을 이용한 측정에 의해 구할 수 있다.

[0018] 본 발명에 있어서 평균 1차 입자 직경이란, 응집되어 있지 않는 상태에서의 전체 입자 직경의 평균값이다. 미립자 실리카의 평균 1차 입자 직경은 가스 흡착법, 수은 압입법, 가스 침투법, 버블 포인트법 등을 이용한 측정으로 얻어진 비표면적으로부터 산출하는 것이 가능하다.

[0019] 본 발명에 있어서는, 착색재(d) 및/또는 형광재(e)를 추가로 포함하는 것이 바람직하다.

발명의 효과

[0020] 본 발명의 치과용 도재 페이스트는 기공사의 숙련도에 좌우되지 않고 균일하게 도포할 수 있고, 장기간 일정한 페이스트 성상을 유지할 수 있으며, 탄화를 막고, 기포의 발생을 억제할 수 있다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0021] 치과용 도재 페이스트로는, 코어 상에 치과용 도재 페이스트를 축성하고, 소성함으로써 목적으로 하는 치과 보철 장치의 형상을 얻는 것이 가능하다.

[0022] 일반적으로 650℃~850℃의 온도 영역이 치과용 도재 페이스트를 소성하기 위한 소성 온도이다. 본 소성 온도에 있어서, 통상은 1~10분간 계류함으로써 소성한다.

[0023] 850℃ 이상에서 소성한 경우는 치과 보철 장치의 형상을 유지하지 못하고, 변형이나 기포가 발생하는 경우가 있

다.

[0024] 650℃ 이하에서 소성한 경우는 소성이 부족해서 탄화하여, 원하는 색조를 얻을 수 없는 경우가 있다. 또한, 10분 이상의 장시간 계류가 필요해져, 현실의 사용에는 사용하는 것이 곤란한 경우가 있다.

[0025] 1회 이상 소성이란, 적어도 1회는 소성할 필요가 있고, 목적으로 하는 치과 보철 장치의 형상으로 하기 전에 상술한 소성 온도로 소성하며, 추가로 치과용 도재 페이스트를 축성하여 소성할 수 있고, 복수회에 걸쳐 상기 소성 온도로 소성할 수 있다.

[0026] 유리 분말(a)은 소성하여 얻어진 치과 보철 장치의 기재가 되는 유리 성분이며, 소성에 의해 용융, 코어 재료와 융착하여 결합되는 것이다. 본 발명에 있어서는, 유리 분말(a) 이외의 유리 분말이 포함되지 않는 것이 바람직하다.

[0027] 유리 분말의 평균 입자 직경은 1~20㎛이다. 바람직하게는 2~10㎛이다. 가장 바람직하게는 3~9㎛이다. 평균 입자 직경이 작으면 페이스트화했을 때 유리 입자끼리가 응집하여, 도포성이 변화할 수 있다. 평균 입자 직경이 크면 페이스트화 했을 때 유리 분말이 침강하기 쉬워진다.

[0028] 유리 분말의 최대 입자 직경은 100㎛ 이하이다. 바람직하게는 90㎛ 이하이다. 가장 바람직하게는 80㎛ 이하이다. 100㎛보다 큰 입자를 포함하면 조작성이 열악하고, 또한 페이스트화했을 때 유리 분말이 침강하기 쉬워진다.

[0029] 유리 분말(a)의 연화점(Ts)은 500℃~650℃인 것이 바람직하다. 연화점(Ts)이 500℃~650℃인 유리 분말을 사용함으로써, 650℃~850℃에서의 소성이 가능해지고, 850℃보다 높은 온도로 소성하면 변형될 우려가 있는 이규산리튬계 유리 세라믹스로 제작된 코어 재료에 대한 적용이 가능해진다.

[0030] 유리 분말의 배합량은 원하는 페이스트의 성상이 얻어지도록, 적절히 배합할 수 있지만, 50.0~80.0wt%의 범위에서, 바람직하게는 65.0~75.0wt%의 범위에서 배합한다. 유리 분말의 배합량이 너무 적으면 본 발명의 특징인 균일한 도포성을 달성하지 못하고, 페이스트 성상의 유지도 어려워지는 경향이 있다. 또한, 유리 분말의 배합량이 너무 많으면 페이스트화가 곤란해지는 경향이 있다.

[0031] 본 발명에 사용하는 유리 분말(a)은 치과용 도재로서 사용할 수 있으면 특별히 한정되지 않으며, 결정을 포함하고 있어도 된다. 연화점이 650℃ 미만이며 650℃~850℃의 온도에서 소성 가능하면 바람직하다. 유리 분말은 예를 들면 SiO_2를 주성분(함유량이 가장 많은 성분)으로 하는 유리 또는 결정화 유리를 들 수 있다. 이러한 유리는 SiO_2 이외에, Al_2O_3, B_2O_3, ZnO, K_2O, Na_2O, Li_2O, ZrO_2, CaO, MgO 등을 포함하고 있어도 된다. 구체적으로는, 아모르퍼스 타입 칼륨알루미노실리케이트 유리, 아모르퍼스 타입 칼륨보로실리케이트 유리, 결정 타입 칼륨알루미노실리케이트 유리, 결정 타입 플루오로아파타이트 유리, 결정 타입 리튬실리케이트 유리 등을 들 수 있다.

[0032] 유리 분말(a)도 하기에 나타내는 실란 커플링재로 일부 또는 전부가 처리되어 있어도 된다.

[0033] 소수성 미립자 실리카(b)의 평균 1차 입자 직경은 1~50㎚이며, 바람직하게는 5~45㎚이고, 보다 바람직하게는 7~40㎚이다. 소수성 미립자 실리카의 평균 1차 입자 직경이 50㎚보다 크면 페이스트 성상의 유지와 도포성의 향상이 곤란해진다는 문제가 발생한다. 평균 1차 입자 직경이 1㎚보다 작은 소수성 미립자 실리카는 미립자 실리카 자체의 제작이 곤란하여 일반적이지 않기 때문에 사용할 수 없다. 소수화 미립자 실리카는 표면 처리에 의해 소수화되어 있다.

[0034] 소수화 미립자 실리카는 원하는 페이스트 성상에 맞추어 적절히 배합할 수 있지만, 배합량은 0.5~10wt%의 범위, 바람직하게는 2.0~5.0wt%의 범위이다. 소수화 미립자 실리카의 배합량이 너무 적으면 페이스트 성상의 유지와 도포성의 향상이 곤란해지는 경우가 있다. 또한, 소수화 미립자 실리카의 배합량이 너무 많으면, 소성 후 소수화 미립자 실리카 유래의 백탁이 발생하는 경우가 있다.

[0035] 소수화 미립자 실리카(b)는 표면 처리재에 의한 표면 처리에 의해 소수화되어 있다. 표면 처리재로는, 실란 커플링재 등을 들 수 있다. 실란 커플링재로는, 특별히 한정되지 않지만, 메틸트리메톡시실란, 디메틸디메톡시실란, 페닐트리메톡시실란, 디페닐디메톡시실란, 메틸트리에톡시실란, 디메틸디에톡시실란, 페닐트리에톡시실란, 디페닐디에톡시실란, 이소부틸트리메톡시실란, 비닐트리메톡시실란, 비닐트리에톡시실란, 비닐트리스(2-메톡시에톡시)실란, 3,3,3-트리플루오로프로필트리메톡시실란, 메틸-3,3,3-트리플루오로프로필디메톡시실란, 2-(3,4-에폭시시클로헥실)에틸트리메톡시실란, 헥사메틸디실라잔, 3-글리시독시프로필트리메톡시실란, 3-글리시독시프로필메틸디에톡시실란, 3-글리시독시프로필트리에톡시실란, 3-메타크릴옥시프로필메틸디메톡시실란, 폴리디

메틸실록산, 3-메타크릴옥시프로필메틸디에톡시실란, N-2(아미노에틸)3-아미노프로필메틸디메톡시실란, N-2(아미노에틸)3-아미노프로필트리메톡시실란, N-2(아미노에틸)3-아미노프로필트리에톡시실란, 3-아미노프로필트리메톡시실란, 3-아미노프로필트리에톡시실란, N-페닐-3-아미노프로필트리메톡시실란, 3-메르캅토프로필트리메톡시실란, 트리메틸실라놀, 메틸트리클로로실란, 메틸디클로로실란, 디메틸디클로로실란, 트리메틸클로로실란, 페닐트리클로로실란, 디페닐디클로로실란, 비닐트리클로로실란, 트리메틸브로모실란, 디 에틸실란, 비닐트리아세톡시실란, ω-(메타)아크릴옥시알킬트리메톡시실란((메타) 아크릴옥시기와 규소 원자 사이의 탄소수: 3~12, 예, 3-메타크릴옥시프로필트리메톡시실란 등), ω-(메타)아크릴옥시알킬트리에톡시실란((메타)아크릴옥시기와 규소 원자 사이의 탄소수: 3~12, 예, 3-메타크릴옥시프로필트리에톡시실란 등) 등을 들 수 있다.

[0036] 표면 처리 방법으로는 상기 실란 커플링재와 소수화 미립자 실리카를 접촉시키는 방법 등을 들 수 있다. 구체적으로는, 소수화 미립자 실리카를 가열된 반응기 중에 투입하고, 실리카 1kg당 실란 커플링재를 0.01~0.5kg가 되는 비율로 반응기 중에 질소 등의 불활성 가스에 의해 병류적으로 기송하는 방법 등을 들 수 있다.

[0037] 본 발명에 있어서는, 본 발명의 효과에 영향을 주지 않는 정도이면, 소수화 미립자 실리카 이외의 실리카, 예를 들면 친수성 실리카가 포함되어도 된다. 구체적으로는, 본 발명에 있어서는, 소수화 미립자 실리카 이외의 실리카의 비율은 실리카의 합계량의 50wt% 이상 100wt% 이하가 바람직하고, 60wt% 이상 100wt% 이하가 보다 바람직하고, 70wt% 이상 100wt% 이하가 더욱 바람직하고, 80wt% 이상 100wt% 이하가 보다 더욱 바람직하고, 90wt% 이상 100wt% 이하가 가장 바람직하다. 또한, 본 발명에 있어서는, 소수화 미립자 실리카 이외의 실리카를 포함하지 않는 것이 바람직하다.

[0038] 본 발명의 필수 성분의 유기 용제(c)는 끓는점이 100~300℃인 것을 사용한다. 유기 용제의 끓는점이 너무 낮으면 도포시 휘발되어 조작성이 열악해진다. 유기 용제의 끓는점이 너무 높으면 소성시 연소하다 남아 탄화나 기포의 원인이 된다.

[0039] 본 발명에서는, 유기 용제의 배합량을 10.0~49.5wt%의 범위로 포함함으로써 페이스트화할 수 있어, 치과용 도재 페이스트로서 조작 가능해진다. 배합량은 25.0~35.0wt%의 범위인 것이 보다 바람직하다. 유기 용제의 배합량이 너무 적으면 페이스트화가 곤란해진다. 유기 용제의 배합량이 너무 많으면 경년 열화에 의해 유리 분말과 분리가 발생하기 쉽고, 또한 소성 후 유기 성분 유래의 탄화나 기포의 발생의 원인이 된다.

[0040] 본 발명에 사용하는 구체적인 유기 용제(c)로는, 예를 들면, 프탈산디메틸, 프탈산디에틸 등의 에스테르계 용매; 1,2-부탄디올, 1,3-부탄디올, 1,4-부탄디올, 1,5-펜탄디올, 글리세린, 디에틸렌글리콜, 트리에틸렌글리콜, 폴리에틸렌글리콜(분자량 200~400), 프로필렌글리콜, 디프로필렌글리콜 등의 다가 알코올계 용매; 에틸렌글리콜모노메틸에테르, 에틸렌글리콜모노에틸에테르, 프로필렌글리콜모노메틸에테르, 프로필렌글리콜모노에틸에테르, 에틸렌글리콜모노부틸에테르, 디에틸렌글리콜모노메틸에테르, 디에틸렌글리콜모노에틸에테르, 프로필렌글리콜모노프로필에테르, 트리프로필렌글리콜모노메틸에테르, 디에틸렌글리콜모노부틸에테르, 트리에틸렌글리콜모노메틸에테르 등의 다가 알코올 모노에테르계 용매; 2-페녹시에탄올, 벤질알코올 등의 방향족 알코올 용매 등을 들 수 있다. 이들 유기 용제 중, 다가 알코올계 용매, 다가 알코올 모노에테르계 용매, 방향족 알코올 용매가 바람직하고, 1,3-부탄디올(끓는점: 약 204℃), 프로필렌글리콜(끓는점: 약 189℃), 2-페녹시에탄올(끓는점: 약 240℃)이 보다 바람직하다. 이들 유기 용제(c)는 1종 단독으로 또는 2종 이상을 적절히 조합하여 사용할 수 있다. 2종류 이상의 유기 용제를 조합하여 사용하는 경우, 그 끓는점은 사용하는 각각의 유기 용제의 끓는점에 첨가 비율을 곱하여 합계한 수치를 사용한다.

[0041] 본 발명의 치과용 도재 페이스트는 착색재(d) 및/또는 형광재(e)를 포함할 수 있다.

[0042] 착색재(d)는 무기 재료로서, 통상 치과 재료로 사용되는 것을 사용할 수 있다. 구체적으로는, SiO_2, Al_2O_3, CaO, TiO_2, SnO, Cr_2O_3, MnO, Sb_2O_3, V_2O_5, ZnO, Fe_2O_3, W_2O_3, Co_2O_3, ZrO_2 등의 금속 산화물을 복수 혼합하여 소성함으로써 제작된 착색재를 들 수 있다. 그 배합량은 0.05~40wt%의 범위가 바람직하고, 0.10~35wt%의 범위가 보다 바람직하고, 0.30~30%의 범위가 가장 바람직하다.

[0043] 형광재(e)는 무기 재료로서, 통상 치과 재료로 사용되는 것을 사용할 수 있다. 구체적으로는, SiO_2, Al_2O_3, CaO, MgO, SrO, BaO, Eu_2O_3, Y_2O_3, CeO_2, P_2O_5, SnO, Cr_2O_3, MnO, V_2O_5, ZnO, ZrO_2 등의 금속 산화물을 복수 혼합하여 소성함으로써 제작된 착색재를 들 수 있다. 그 배합량은 0.1~5.0wt%의 범위가 바람직하고, 0.3~4.5wt%의 범위가 보다 바람직하고, 0.5~4.0wt%의 범위가 가장 바람직하다. 착색재(d) 및/또는 형광재(e)는 무기 재료인 것을 특징으로 한다.

[0044] 본 발명의 치과용 도재 페이스트의 제작은 당해 업자가 보유하는 일반적인 페이스트 조성물의 제조 방법에 의해 제한 없이 실시 가능하다. 일반적인 제조 방법으로는, 목적으로 하는 페이스트 조성물이 얻어지도록 유리 분말, 소수화 미립자 실리카, 유기 용제, 착색재 및 형광재를 배합하고, 교반 탈포 장치로 혼합하여 페이스트를 얻는 방법이다.

[0045] 실시예

[0046] 이하, 실시예 및 비교예를 참조하여 본 발명의 더욱 구체적인 설명을 하지만, 본 발명은 이들 실시예 및 비교예에 한정되는 것은 전혀 아니다.

[0047] 실시예 및 비교예에 있어서의 유리 분말의 입자 직경 및 연화점, 소수화 미립자 실리카의 1차 입자 직경, 페이스트 조성물의 플로우값, 도포성, 기포 및 탄화의 확인, 페이스트 분리의 확인의 평가 방법을 이하에 나타낸다.

[0048] (유리 분말의 평균 입자 직경의 측정 방법)

[0049] 유리 분말의 평균 입자 직경은 레이저 회절·산란법, 동적 광산란법, 원심 침강법, 전기적 검지체법 등을 이용한 측정에 의해 구할 수 있다. 실시예 및 비교예의 유리 분말의 입자 직경은 레이저 회절·산란법으로 측정을 행했다. 구체적으로는, 레이저 회절식 입도 분포 측정 장치 마이크로트랙 MT-3000II(마이크로 트랙벨 제조)에 의해 측정했다.

[0050] (유리 분말의 최대 입자 직경의 측정 방법)

[0051] 유리 분말의 최대 입자 직경은 레이저 회절·산란법, 동적 광산란법, 원심 침강법, 전기적 검지체법 등을 이용한 측정에 의해 구할 수 있다. 실시예 및 비교예의 유리 분말의 입자 직경은 레이저 회절·산란법으로 측정을 행했다. 구체적으로는, 레이저 회절식 입도 분포 측정 장치 마이크로트랙 MT-3000II(마이크로트랙벨 제조)에 의해 측정했다.

[0052] (소수화 미립자 실리카의 1차 입자 직경의 측정 방법)

[0053] 소수화 미립자 실리카의 1차 입자 직경은 가스 흡착법, 수은 압입법, 가스 침투법, 버블 포인트법 등을 이용한 측정으로 얻어진 비표면적으로부터 산출할 수 있다. 실시예 및 비교예의 소수화 미립자 실리카의 1차 입자 직경은 가스 흡착법으로 측정을 행했다. 구체적으로는, 자동 비표면적·세공 분포 측정 장치 트라이스타 II3020(시마즈 제작소 제조)에 의해 측정했다.

[0054] (연화점의 측정 방법)

[0055] 유리 분말의 연화점(Ts)은 열팽창법으로 측정할 수 있다. 실시예 및 비교예의 유리 분말의 연화점은 구체적으로는 열팽창 측정기 TM8140C(리가쿠 제조)에 의해 측정했다. 측정에는, 유리 분말을 증류수로 연화하고, 연화물을 실리콘제 봉 형상(6×6×25㎜) 형틀에 충전하고, 콘덴스와 흡수를 반복하여, 성형체를 제작했다. 제작한 성형체를 실리콘 형틀로부터 꺼내고, 치과 기공용 포슬린 소성로 에스테매트 슬림(소후 제조)을 이용하여, 진공 소성 1회, 대기 소성 1회 합계 2회 행했다. 얻어진 2회 소성물의 양단을 연마하여 평행면을 내고, 5×5×20㎜의 크기로 조정한 시료를 시험체로서 측정했다.

[0056] (페이스트의 제작)

[0057] 표 1 및 표 2에 기재된 유리 분말, 소수화 미립자 실리카, 유기 용제를 페이스트 조성이 되도록 교반 탈포 장치로 혼합하여 실시예 1~12 및 비교예 1~11의 페이스트를 제조했다(wt% 표기).

[0058] (플로우값의 평가)

[0059] 실시예 및 비교예의 각 페이스트를 23℃의 항온실에 1시간 방치했다. 방치 후, 유리판 상에 0.3±0.03g의 범위로 페이스트를 칭량하고, 위로부터 다른 유리판을 씌워 20g 분동을 올렸다. 분동을 올리고 나서 30초 후 분동을 들어내고 페이스트가 원 형상으로 퍼진 직경의 최장 직경과 최단 직경을 측정하여, 이들의 평균 길이를 플로우값으로 했다.

[0060] 3㎜ 미만: 축성은 가능하고, 도포는 곤란하지만 가능하다.

[0061] 3~20㎜: 도포가 가능하고 축성도 가능하다.

[0062] 20㎜ 보다 큼: 도포는 가능하지만, 0.1㎜ 두께 이상의 축성을 할 수 없다.

[0063] 20㎜까지의 플로우값인 것이 임상상 사용 가능하다.

[0064] (시험체의 제작)

[0065] 지르코니아제 판(10.0×10.0×2.0㎜)의 10.0×10.0㎜의 면에 붓으로 실시예 및 비교예의 각 페이스트를 0.1㎜의 두께로 전면에 도포하고, 치과 기공용 포슬린 소성로 에스테매트 슬림(소후 제조)을 이용하여, 표 1에 기재된 온도와 시간으로 진공 소성을 행하여, 소성물을 시험체로 했다.

[0066] (도포성의 평가)

[0067] 상기 시험체의 제작시, 도포성을 평가했다. 평가 기준을 이하에 나타냈다.

[0068] ○: 균일한 유리층을 제작하는 것이 가능했다.

[0069] ×: 균일하지 않게 부분적으로 지르코니아면이 노출되어 있었다.

[0070] (기포, 탄화의 확인)

[0071] 실시예 및 비교예의 각 페이스트를 지르코니아제 판(10.0×10.0×2.0㎜)에 1.0㎜ 두께로 도포하고, 치과 기공용 포슬린 소성로 에스테매트 슬림(소후 제조)을 이용하여, 진공 소성을 행하여, 소성물을 시험체로 했다. 제작한 시험체를 육안에 의해 평가했다.

[0072] ○: 투명성이 있는 유리층 상태이다.

[0073] ×: 기포의 발생에 의한 백탁, 탄화에 의한 흑변이 발생했다.

[0074] (페이스트 분리의 확인)

[0075] 실시예 및 비교예의 각 페이스트를 5㎖ 유리병에 3g 칭량하여 뚜껑을 닫고, 50℃로 설정한 항온기에 투입하고, 7일간 정치 후, 항온기로부터 꺼낸 유리병에 든 페이스트를 시험체로 했다. 이 시험체를 육안에 의해 보존 안정성을 평가했다.

[0076] ○: 혼합 후의 상태로부터 거의 변화가 없다.

[0077] ×: 유기 용제가 표면에 부상하거나, 또는 저부에서 유리 분말의 침강 등 액과 분말이 분리되어 있었다.

[0078] <실시예 1~22, 비교예 1~16>

[0079] 실시예, 비교예에서 사용한 각 조성:

[0080] 유리 분말은 SiO_2, Al_2O_3, K_2O, 그 밖의 성분으로 이루어지고, 연화점(Ts)이 575℃인 칼륨알루미노실리케이트 유리를 사용하여, 일반적인 분쇄기에서 분쇄하여, 평균 입자 직경이 0.5㎛, 1㎛, 5㎛, 20㎛, 26㎛인 유리 분말을 제작하여 사용했다.

[0081] 소수화 미립자 실리카 및 친수성 미립자 실리카는 RX50, R974, R812, #50, #200, #300(닛폰 에어로실사 제조), YA050C, YA100C(주식회사 아드마텍스사 제조)를 사용했다.

[0082] 유기 용제는 에탄올(bp=89℃), 프로필렌글리콜(bp=188.2℃), 1,3-부탄디올(bp=204℃), 벤조산벤질(bp=324℃)을 사용했다.

[0083]

표 1

	페이스트 조성(단위: wt%)																						소성 온도	소성 시간	합계
	유리 분말(Ts=575℃)								소수화 미립자 실리카					친수성 미립자 실리카			유기 용제				무기 안료	형광제			
	유리 분말 0.5 ㎛	유리 분말 1 ㎛	유리 분말 2 ㎛	유리 분말 5 ㎛	유리 분말 10 ㎛	유리 분말 20 ㎛	유리 분말 26 ㎛	최대 입자 직경 (㎛)	R812 평균 1차 입자 직경 7 ㎚	R974 평균 1차 입자 직경 12 ㎚	RX50 평균 1차 입자 직경 40 ㎚	YA050C 평균 1차 입자 직경 50 ㎚	YA100C 평균 1차 입자 직경 100 ㎚	#50 평균 1차 입자 직경 7 ㎚	#200 평균 1차 입자 직경 12 ㎚	#300 평균 1차 입자 직경 40 ㎚	에탄올 bp=89℃	프로필렌 글리콜 bp=188.2℃	1,3-부탄디올 bp=204℃	벤조산 벤질 bp=324℃					
실시예 1		70						52		3									27				750	1	100
실시예 2				70				62		3									27				750	1	100
실시예 3						70		88		3									27				750	1	100
실시예 4		50						52		10									40				750	1	100
실시예 5		65						52		5									30				750	1	100
실시예 6				73				62		2									25				750	1	100
실시예 7						80		88		0.5									19.5				750	1	100
실시예 8				70				62		3								27					750	1	100
실시예 9				70				62	3										27				750	1	100
실시예 10				70				62			3								27				750	1	100
실시예 11				70				62		3								13	14				750	1	100
실시예 12				80				62		10								10					750	1	100
실시예 13				70				62		2	1								27				750	1	100
실시예 14				70				62	1	2									27				750	1	100
실시예 15				70				62	1	1	1								27				750	1	100
실시예 16			70					55		3									27				750	1	100
실시예 17					70			70		3									27				750	1	100
실시예 18				70				62				3							27				750	1	100
실시예 19				70				62		2				1					27				750	1	100
실시예 20		50						52		0.5									49.5				750	1	100
실시예 21				65				62		3									27		5		750	1	100
실시예 22				67				62		3									27			3	750	1	100

표 2

	페이스트 소성(단위: wt%)																						소성 온도	소성 시간	합계
	유리 분말(Ts=575℃)								소수화 미립자 실리카					친수성 미립자 실리카			유기 용제				무기 안료	형광제			
	유리 분말 0.5 ㎛	유리 분말 1 ㎛	유리 분말 2 ㎛	유리 분말 5 ㎛	유리 분말 10 ㎛	유리 분말 20 ㎛	유리 분말 26 ㎛	최대 입자 직경 (㎛)	R812 평균 1차 입자 직경	R974 평균 1차 입자 직경	RX50 평균 1차 입자 직경	YA050C 평균 1차 입자 직경	YA100C 평균 1차 입자 직경	#50 평균 1차 입자 직경	#200 평균 1차 입자 직경	#300 평균 1차 입자 직경	에탄올	프로필렌 글리콜	1,3-부탄디올	벤조산 벤질					
									7 ㎚	12 ㎚	40 ㎚	50 ㎚	100 ㎚	7 ㎚	12 ㎚	40 ㎚	bp=89℃	bp=188.2℃	bp=204℃	bp=324℃					
비교예 1	70							49		3									27				750	1	100
비교예 2							70	113		3									27				750	1	100
비교예 3		70						52						3					27				750	1	100
비교예 4						70		88							3				27				750	1	100
비교예 5		70						52								3			27				750	1	100
비교예 6		70						52		3							27						750	1	100
비교예 7						70		88		3										27			750	1	100
비교예 8				85				62		2									13				750	1	100
비교예 9				45				62		10								45					750	1	100
비교예 10				70				62											30				750	1	100
비교예 11				50				62		13									37				750	1	100
비교예 12				90				62		3								7					750	1	100
비교예 13				40				62		10									50				750	1	100
비교예 14							70	113						3						27			750	1	100
비교예 15	70							49								3	27						750	1	100
비교예 16				70				62					3						27				750	1	100

[0084]

표 3

[0085]

	플로우값 (㎜)	도포성	기포, 탄화	페이스트 분리
실시예 1	5	○	○	○
실시예 2	7	○	○	○
실시예 3	12	○	○	○
실시예 4	0	○	○	○
실시예 5	5	○	○	○
실시예 6	9	○	○	○
실시예 7	1	○	○	○
실시예 8	7	○	○	○
실시예 9	6	○	○	○
실시예 10	6	○	○	○
실시예 11	6	○	○	○
실시예 12	0	○	○	○
실시예 13	6	○	○	○
실시예 14	5	○	○	○
실시예 15	6	○	○	○
실시예 16	6	○	○	○
실시예 17	10	○	○	○
실시예 18	16	○	○	○
실시예 19	8	○	○	○
실시예 20	19	○	○	○
실시예 21	7	○	○	○
실시예 22	7	○	○	○
비교예 1	6	×불균일	○	○
비교예 2	7	×불균일	○	×분리
비교예 3	9	×불균일	○	×분리
비교예 4	9	×불균일	○	×분리
비교예 5	10	×불균일	○	×분리
비교예 6	18	×불균일	○	×분리
비교예 7	2	○	×탄화	○
비교예 8	균일한 페이스트를 제작할 수 없다			
비교예 9	9	×불균일	○	○
비교예 10	1	×불균일	○	×분리
비교예 11	0	○	×기포	○
비교예 12	균일한 페이스트를 제작할 수 없다			
비교예 13	11	×불균일	○	×분리
비교예 14	10	×불균일	○	○
비교예 15	21	○	○	×분리
비교예 16	15	×불균일	○	×분리

[0086] 모든 실시예에 있어서, 우수한 도포성을 나타내고, 또한, 소성 후도 투명하며, 우수한 보존 안정성을 나타냈다.

[0087] 한편, 비교예 1~6, 9~10, 13~14, 16에서는, 소성 후의 표면이 불균일한 면인 점에서 우수한 도포성이 얻어지지 않았다. 비교예 7, 11에서는, 소성 후 탄화에 의한 흑변 또는 기포에 의한 백탁을 확인할 수 있었기 때문에, 소성 후의 투명성이 얻어지지 않았다. 또한, 비교예 2~6, 10, 13, 15~16에서는, 보존 안정성 시험에 의해 페이스트에 분리가 발생했기 때문에, 우수한 보존 안정성이 얻어지지 않았다. 비교예 8, 12에 대해서는, 균일한 페이스트를 제작할 수 없었다.

[0088] 이상의 결과로부터, 본 발명의 치과용 도재 페이스트는 우수한 도포성, 소성 후도 투명하며, 경년 열화에 의한 페이스트의 보존 안정성을 만족하는 양호한 결과를 나타냈다. 이는 표면 처리에 의해 소수화된 소수화 미립자 실리카를 함유하고, 또한 입자 직경을 제어한 유리 분말과 적합한 유기 용매를 조합하여 페이스트화한 것이 기인하고 있는 것으로 생각된다.

[0089] 따라서, 본 발명의 치과용 도재 페이스트는, 종래의 페이스트 조성물의 도포성, 투명성, 페이스트 성상을 장기간 유지 가능한 보존 안정성을 비약적으로 개선한 것이다.

[0090] 본 명세서에 있어서, 발명의 구성요소가 단수 또는 복수 중 어느 한쪽으로 설명된 경우, 또는, 단수 또는 복수 중 어느 것으로도 한정되지 않고 설명된 경우에도, 문맥상 별도로 해석해야 하는 경우를 제외하고, 당해 구성요소는 단수 또는 복수 중 어느 것이어도 된다.

[0091] 본 발명을 도면 및 상세한 실시형태를 참조하여 설명했지만, 당업자라면, 본 명세서에 있어서 개시된 사항에 기초하여 다양한 변경 또는 수정이 가능하다는 것이 이해되어야 한다. 따라서, 본 발명의 실시형태의 범위에는, 어떠한 변경 또는 수정이 포함되는 것이 의도되어 있다.

산업상 이용가능성

[0092] 본 발명에 의해 제공되는 치과용 도재 페이스트는 장기간 페이스트 상태를 유지할 수 있으며, 우수한 도포성을 갖고, 소성시 유기 성분 또는 고분자 성분의 영향에 의한 탄화나 기포가 거의 발생하지 않는 것이며, 치과 분야의 수복 치료에 있어서, 다양한 치관 수복물에 대한 응용이 가능하다.