



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2025-0047716
(43) 공개일자 2025년04월04일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
A61K 6/836 (2020.01) A61C 13/083 (2006.01)
A61K 6/60 (2020.01) A61K 6/802 (2020.01)
- (52) CPC특허분류
A61K 6/836 (2020.01)
A61C 13/083 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2025-7001147
- (22) 출원일자(국제) 2023년07월21일
심사청구일자 없음
- (85) 번역문제출일자 2025년01월13일
- (86) 국제출원번호 PCT/JP2023/026743
- (87) 국제공개번호 WO 2024/024661
국제공개일자 2024년02월01일
- (30) 우선권주장
JP-P-2022-117947 2022년07월25일 일본(JP)

- (71) 출원인
쿠라레 노리타케 덴탈 가부시키키가이샤
일본 오카야마현 구라시끼시 사카즈 1621
- (72) 발명자
다케우치 유타
일본 아이치현 미요시시 미요시쵸 히가시야마 30
0반치 쿠라레 노리타케 덴탈 가부시키키가이샤 나이
- (74) 대리인
특허법인코리아나

전체 청구항 수 : 총 7 항

(54) 발명의 명칭 **치과용 도재 페이스트**

(57) 요약

양이온 계면 활성제 (A), 유리 분말 (B), 및 알코올 (C) 를 포함하는, 치과용 도재 페이스트에 관한 것이다.

(52) CPC특허분류

A61K 6/60 (2020.01)

A61K 6/802 (2020.01)

명세서

청구범위

청구항 1

양이온 계면 활성제 (A), 유리 분말 (B), 및 알코올 (C) 를 포함하는, 치과용 도재 페이스트.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

성분 (A) 의 함유량이, 성분 (B) 100 질량부에 대해 0.0005 ~ 2.0 질량부인, 치과용 도재 페이스트.

청구항 3

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

성분 (C) 의 함유량이, 성분 (B) 및 성분 (C) 의 합계 100 질량부에 대해 20 ~ 60 질량부인, 치과용 도재 페이스트.

청구항 4

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 있어서,

성분 (A), 성분 (B), 및 성분 (C) 의 합계 함유량이, 치과용 도재 페이스트 100 질량% 중 75 질량% 이상인, 치과용 도재 페이스트.

청구항 5

제 1 항 내지 제 4 항 중 어느 한 항에 있어서,

성분 (C) 가 2 가 알코올을 포함하는, 치과용 도재 페이스트.

청구항 6

제 1 항 내지 제 5 항 중 어느 한 항에 있어서,

성분 (B) 의 평균 입자경이 1 ~ 30 μm 인, 치과용 도재 페이스트.

청구항 7

제 1 항 내지 제 6 항 중 어느 한 항에 있어서,

성분 (A) 의 강열 잔분이 8.0 % 이하인, 치과용 도재 페이스트.

발명의 설명

기술분야

[0001] 본 발명은 치과용 도재 페이스트에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 세라믹스는 천연치를 닮은 투명감과 색조를 갖기 때문에, 심미성이 필요해지는 치관 제작에는 빠뜨릴 수 없는 재료가 되었다.

[0003] 일반적으로, 치관은 도재와 물 및 유기 용제로부터 선택되는 1 종 이상 등으로 이루어지는 치과용 연화액, 또는 미리 물 및 유기 용제로부터 선택되는 1 종 이상 등과 세라믹스를 혼합하여 페이스트상으로 한 도재를 사용하고, 지대치를 피복하는 프레임 (예를 들어, 금속 프레임, 세라믹스 프레임) 에 대해 축성하고 소성하는 조작을 반복함으로써 제작된다.

[0004] 분말상의 도재는 조작할 때마다 용매를 혼합할 필요가 있기 때문에 번잡하고, 원하는 색조에 따라 그 혼합 비율

및 점성을 조정하기 위해 숙련도가 요구되지만, 페이스트상으로 한 도재는, 치과 기공사가 양호한 조작성으로 작업할 수 있는 점성으로 미리 도재와 용매가 혼합되어 있기 때문에, 치과 기공 작업의 시간이 단축된다.

[0005] 예를 들어, 특허문헌 1 에는, 2 가 또는 3 개의 알코올, 하이드록실기가 잔존한 에테르 및 하이드록시(메트)아크릴레이트로부터 선택된 1 종 또는 2 종 이상의 유기 용매 및/또는 물에, 합성 및/또는 천연의 친수기를 가진 고분자 재료가 용해된 성분을 포함하는 치과용 페이스트상 도재가 개시되어 있고, 장기 보존에 있어서도 안정되고, 사용시에 잘 건조·경화되지 않는 치과용 페이스트상 도재가 개시되어 있다.

[0006] 또, 특허문헌 2 에는, 치과용 도재와 용매와, 추가로, 평균 입경 5 ~ 50 nm 의 무기 분체를 0.1 ~ 20 중량% 첨가하여 이루어지는 것을 특징으로 하는 치과용 페이스트 재료가 개시되어 있고, 장기간 보존해도 치과용 도재가 침전되지 않고, 우수한 작업성을 갖는 취지가 개시되어 있다.

[0007] 또, 특허문헌 3 에는, 특정한 평균 1 차 입자경을 갖는 소수화 미립자 실리카를 함유하고, 또한 입자경을 제어한 유리 분말과, 특정한 비점을 갖는 유기 용제를 각각 특정량으로 포함하는 것을 특징으로 하는 치과용 페이스트 도재가 개시되어 있고, 장기간 페이스트 상태를 유지할 수 있고, 우수한 도포성을 가지며, 소성시에 유기 성분 또는 고분자 성분의 영향에 의한 탄화나 기포가 거의 발생하지 않는 치과용 도재 페이스트가 개시되어 있다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0008] (특허문헌 0001) 일본 공개특허공보 2001-079019호
- (특허문헌 0002) 일본 공개특허공보 평3-077804호
- (특허문헌 0003) 일본 공개특허공보 2020-117499호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0009] 그러나, 특허문헌 1 에 기재된 치과용 페이스트상 도재는, 도재 소성에 있어서, 도재가 흑색 또는 회색으로 변색되기 때문에, 심미성을 개선할 여지가 있는 것을 알 수 있었다.

[0010] 또, 특허문헌 2 에 기재된 치과용 페이스트 재료는, 무기 미분말에 의해 치과용 페이스트 재료가 착색되어, 심미성의 저하가 염려된다.

[0011] 또, 특허문헌 3 에 기재된 치과용 페이스트는, 장기 보관하면 유리 분말과 용매가 분리되어, 고화된 침강층을 섞을 수 없어, 치과용 페이스트를 제작한 직후의 도포성을 재현하는 것은 곤란한 것을 알 수 있었다.

[0012] 그래서, 본 발명은, 소성 후의 변색 및 투명감의 저하를 억제할 수 있고, 또한, 장기 보관한 경우에도 고화되지 않아, 용이하게 치과용 도재 페이스트를 제작한 직후의 상태로 되돌릴 수 있는, 치과용 도재 페이스트를 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0013] 본 발명자는, 예의 연구를 거듭한 결과, 양이온 계면 활성제 (A), 유리 분말 (B), 및 알코올 (C) 를 함유하는 치과용 도재 페이스트를 사용함으로써 상기 과제를 해결할 수 있는 것을 알아내어, 본 발명을 완성하기에 이르렀다.

[0014] 즉, 본 발명은, 이하의 발명을 포함한다.

[0015] [1] 양이온 계면 활성제 (A), 유리 분말 (B), 및 알코올 (C) 를 포함하는, 치과용 도재 페이스트.

[0016] [2] 성분 (A) 의 함유량이, 성분 (B) 100 질량부에 대해 0.0005 ~ 2.0 질량부인, 상기 [1] 에 기재된 치과용 도재 페이스트.

[0017] [3] 성분 (C) 의 함유량이, 성분 (B) 및 성분 (C) 의 합계 100 질량부에 대해 20 ~ 60 질량부인, 상기 [1] 또는 [2] 에 기재된 치과용 도재 페이스트.

- [0018] [4] 성분 (A), 성분 (B), 및 성분 (C) 의 합계 함유량이, 치과용 도재 페이스트 100 질량% 중 75 질량% 이상인, 상기 [1] ~ [3] 중 어느 1 개에 기재된 치과용 도재 페이스트.
- [0019] [5] 성분 (C) 가 2 가 알코올을 포함하는, 상기 [1] ~ [4] 중 어느 1 개에 기재된 치과용 도재 페이스트.
- [0020] [6] 성분 (B) 의 평균 입자경이 1 ~ 30 μm 인, 상기 [1] ~ [5] 중 어느 1 개에 기재된 치과용 도재 페이스트.
- [0021] [7] 성분 (A) 의 강열 잔분이 8.0 % 이하인, 상기 [1] ~ [6] 중 어느 1 개에 기재된 치과용 도재 페이스트.

발명의 효과

- [0022] 본 발명에 의하면, 소성 후의 변색 및 투명감의 저하를 억제할 수 있고, 또한, 장기 보관한 경우에도 고화되지 않아, 용이하게 치과용 도재 페이스트를 제작한 직후의 상태로 되돌릴 수 있는, 치과용 도재 페이스트를 제공할 수 있다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0023] 이하, 본 발명에 대하여 실시형태를 사용하여 상세하게 설명한다.
- [0024] 본 명세서에 있어서, 수치 범위 (각 성분의 함유량, 각 성분으로부터 산출되는 값 및 각 물성 등) 의 상한값 및 하한값은 적절히 조합 가능하다.
- [0025] 즉, 본 명세서에 있어서, 수치 범위에 대하여, 단계적으로 기재된 하한값 및 상한값은, 각각 독립적으로 조합할 수 있다. 예를 들어, 동일 사항에 대한 「바람직하게는 10 ~ 90, 보다 바람직하게는 30 ~ 60」 이라는 기재로부터, 「바람직한 하한값 (10)」 과 「보다 바람직한 상한값 (60)」 을 조합하여 「10 ~ 60」 으로 할 수도 있다.
- [0026] 또, 수치 범위에 대하여, 예를 들어, 「바람직하게는 10 ~ 90, 보다 바람직하게는 30 ~ 60」 이라는 기재에 기초하여, 상한값은 특별히 규정하지 않고 하한값측만 「10 이상」 또는 「30 이상」 이라고 규정할 수도 있고, 마찬가지로, 하한값은 특별히 규정하지 않고 상한값측만 「90 이하」 또는 「60 이하」 라고 규정할 수도 있다.
- [0027] 또한, 특별히 언급하지 않는 한, 수치 범위로서 간단히 「10 ~ 90」 이라고 기재하는 경우, 10 이상 90 이하의 범위를 나타낸다.
- [0028] 상기와 마찬가지로, 예를 들어, 동일 사항에 대한 「바람직하게는 10 이상, 보다 바람직하게는 30 이상」 의 기재와 「바람직하게는 90 이하, 보다 바람직하게는 60 이하」 라는 기재로부터, 「바람직한 하한값 (10)」 과 「보다 바람직한 상한값 (60)」 을 조합하여 「10 이상 60 이하」 라고 할 수도 있다. 또, 상기와 마찬가지로, 하한값측만 「10 이상」 또는 「30 이상」 이라고 규정할 수도 있고, 마찬가지로 상한값측만 「90 이하」 또는 「60 이하」 라고 규정할 수도 있다.
- [0029] 또, 본 명세서에 있어서, 특별히 언급하지 않는 한, 「복원 용이성」 이라는 용어는, 치과용 도재 페이스트를 장기 보관한 경우에도 고화되지 않아, 교반 등에 의해 용이하게 당해 치과용 도재 페이스트를 제작한 직후의 상태로 되돌릴 수 있는 특성을 가리킨다. 구체적으로는, 실시예에 기재된 방법에 의해 평가되는 특성을 가리킨다.
- [0030] 또, 본 명세서에 있어서, 특별히 언급하지 않는 한, 「외관」 이라는 용어는, 치과용 도재 페이스트를 소성했을 때의 「변색」 및 「투명감」 을 가리킨다. 구체적으로는, 실시예에 기재된 방법에 의해 평가되는 특성을 가리킨다.
- [0031] [치과용 도재 페이스트]
- [0032] 본 발명의 일 양태인 치과용 도재 페이스트는, 양이온 계면 활성제 (A) (이하, 간단히 「성분 (A)」 라고도 한다.), 유리 분말 (B) (이하, 간단히 「성분 (B)」 라고도 한다.), 및 알코올 (C) (이하, 간단히 「성분 (C)」 라고도 한다.) 를 포함한다.
- [0033] 상기 치과용 도재 페이스트는, 성분 (A) ~ (C) 를 포함함으로써, 진술한 효과를 발휘할 수 있다. 본 발명의 효과가 발휘되는 이유에 대하여, 그 상세한 내용은 불분명하지만, 다음과 같을 것으로 생각된다.
- [0034] 양이온 계면 활성제 (A) 의 친수기는, 실리카의 함유량이 많아, 부 (負) 로 대전되어 있는 유리 분말 (B) 의 표면에 흡착하기 쉽고, 양이온 계면 활성제 (A) 가 흡착된 유리 분말 (B) 의 표면은 소수화된다. 소수화된 유

리 분말 (B) 는, 알코올 (C) 와 같은 친수성의 액체 중에서, 입자끼리가 성긴 응집체가 되기 때문에, 장기 보관한 경우에 침강층이 발생해도, 침강층이 고화되지 않아, 장기 보관 후의 치과용 도재 페이스트를 재차 사용할 때에도 교반 등에 의해 용이하게 섞을 수 있어, 치과용 도재 페이스트를 제작한 직후의 상태로 되돌릴 수 있을 것으로 추찰된다.

- [0035] 또, 양이온 계면 활성제 (A) 는, 유리 분말 (B) 의 표면에 흡착되어 있어도, 결합되어 있는 것은 아니기 때문에, 소성 후에 양이온 계면 활성제 (A) 에서 유래하는 유기 성분이 유리 분말 (B) 의 표면에 남는 경우도 없고, 소성시의 탄화나 기포의 발생을 억제할 수 있어, 소성 후의 변색이나 투명감의 저하를 억제할 수 있을 것으로 추찰된다.
- [0036] 이하, 본 발명의 일 양태인 치과용 도재 페이스트가 포함하는 각 성분에 대하여 설명한다.
- [0037] <양이온 계면 활성제 (A)>
- [0038] 상기 양이온 계면 활성제 (A) 는, 본 발명의 효과가 발휘되는 한, 그 종류에 한정은 없어, 예를 들어, 알킬트리메틸암모늄염, 디알킬디메틸암모늄염, 알킬벤질디메틸암모늄염, 알킬암모늄염, 알킬피리디늄염 등의 알킬기를 갖는 암모늄염 등을 들 수 있다. 상기 알킬기로는, 탄소수 8 ~ 18 의 알킬기가 바람직하고, 이와 같은 성분 (A) 로는, 예를 들어, 알킬 (탄소수 8 ~ 18) 트리메틸암모늄염, 디알킬 (탄소수 8 ~ 18) 디메틸암모늄염, 알킬 (탄소수 8 ~ 18) 벤질디메틸암모늄염, 또는 알킬 (탄소수 8 ~ 18) 피리디늄염을 들 수 있다.
- [0039] 상기 탄소수 8 ~ 18 의 알킬기 중에서도, 분해 용이성의 관점에서, 탄소수 8 ~ 16 의 알킬기가 보다 바람직하고, 탄소수 8 ~ 14 의 알킬기가 더욱 바람직하다.
- [0040] 성분 (A) 는, 1 종 단독으로 또는 2 종 이상을 적절히 조합하여 사용할 수 있다.
- [0041] 염을 구성하는 양이온의 종류에 한정은 없어, 예를 들어, 전술한 염을 구성할 수 있는 알킬트리메틸암모늄 이온, 디알킬디메틸암모늄 이온, 알킬벤질디메틸암모늄 이온, 알킬암모늄 이온, 알킬피리디늄 이온 등의 알킬기를 갖는 암모늄 이온 등을 들 수 있다.
- [0042] 염을 구성하는 음이온으로는, 예를 들어, 염화물 이온 (Cl⁻), 브롬화물 이온 (Br⁻) 등을 들 수 있다. 염을 구성하는 양이온이 동일한 경우, 분해 용이성의 관점에서, 음이온은 염화물 이온이 바람직하다.
- [0043] 전술한 음이온 및 양이온의 조합으로 이루어지는 성분 (A) 로는, 예를 들어, 염화세틸피리디늄, 염화라우릴트리메틸암모늄, 염화도데실피리디늄, 염화트리메틸스테아릴암모늄, 염화디메틸디옥타데실암모늄, 염화벤질디메틸테트라데실암모늄 등의 염화물 ; 브롬화라우릴트리메틸암모늄, 브롬화트리메틸스테아릴암모늄 등의 브롬화물 ; 등을 바람직한 예로서 들 수 있다. 이들 중에서는, 염화세틸피리디늄, 염화라우릴트리메틸암모늄, 염화도데실피리디늄, 및 브롬화라우릴트리메틸암모늄으로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1 종이 보다 바람직하다.
- [0044] 또, 분해 용이성 및 입수 용이성의 관점에서는, 전술한 염화물이 바람직하다.
- [0045] 성분 (A) 는, 소성시의 분해성이 양호한 것이 바람직하고, 예를 들어, 강열 잔분 (400 °C 에서 1 시간 소성 후의 잔존 비율) 을 측정함으로써, 소성시의 분해성을 평가할 수 있다.
- [0046] 성분 (A) 의 강열 잔분은, 바람직하게는 8.0 % 이하, 보다 바람직하게는 5.0 % 이하, 더욱 바람직하게는 1.0 % 이하, 보다 더 바람직하게는 0.5 % 이하이다. 상기 성분 (A) 의 강열 잔분은, 실시예에 기재된 방법에 의해 측정할 수 있다. 바꾸어 말하면, 성분 (A) 의 일 양태에 있어서, 상기 성분 (A) 의 강열 잔분은, 바람직하게는 0.0 ~ 8.0 %, 보다 바람직하게는 0.0 ~ 5.0 %, 더욱 바람직하게는 0.0 ~ 1.0 %, 보다 더 바람직하게는 0.0 ~ 0.5 % 이다.
- [0047] 성분 (A) 의 함유량은, 성분 (B) 100 질량부에 대해, 바람직하게는 0.0005 ~ 2.0 질량부이다. 성분 (A) 의 함유량이, 성분 (B) 100 질량부에 대해 0.0005 질량부 이상인 경우에는, 치과용 도재 페이스트를 장기간 보관한 후에도 교반의 용이성이 보다 향상되기 쉬워져, 복원 용이성이 향상되기 때문에 바람직하다. 또, 성분 (A) 의 함유량이, 성분 (B) 100 질량부에 대해 2.0 질량부 이하인 경우에는, 치과용 도재 페이스트를 소성했을 때의 유리의 변색을 억제하기 쉬워지기 때문에 바람직하다. 이와 같은 관점에서, 성분 (A) 의 함유량은, 성분 (B) 100 질량부에 대해, 보다 바람직하게는 0.001 ~ 1.5 질량부, 더욱 바람직하게는 0.003 ~ 1.2 질량부, 보다 더 바람직하게는 0.008 ~ 0.8 질량부, 보다 더 바람직하게는 0.01 ~ 0.5 질량부, 보다 더 바람직하게는 0.05 ~ 0.3 질량부이다.
- [0048] 또, 성분 (A) 는, 고분자 재료보다 열분해되기 쉽고, 적은 첨가량이라도, 전술한 바와 같이, 치과용 도재 페

이스트를 장기간 보관한 경우에 발생하는 침강층이 고화되지 않는다고 하는 효과가 얻어지기 쉽다. 그 때문에, 장기 보관 후의 치과용 도재 페이스트의 복원 용이성에 더하여, 치과용 도재 페이스트를 소성했을 때에도, 탄화나 기포의 발생을 억제하기 쉬워, 한층 더 소성 후의 외관의 저하를 억제할 수 있을 것으로 추찰된다. 또한, 전술한 바와 같이, 성분 (A) 는 성분 (B) 의 표면에 흡착되어 있지만, 직접 결합되어 있는 것은 아니기 때문에, 소성 후에 유리 표면에 성분 (A) 에서 유래하는 유기물 등이 남기 어려운 것도, 외관의 저하를 억제할 수 있는 한 요인일 것으로 추찰된다.

[0049] <유리 분말 (B)>

[0050] 상기 유리 분말 (B) 는, 특별히 한정되지 않아, 치과 용도에 사용할 수 있는 것이 바람직하고, 결정을 포함하고 있어도 된다.

[0051] 유리 분말 (B) 의 재료로는, 예를 들어, SiO₂ 를 주성분 (유리 중에서 함유량이 제일 많은 성분) 으로 하는 유리, 또는 결정화 유리를 들 수 있다. 이와 같은 유리는, SiO₂ 이외에, Al₂O₃, B₂O₃, ZnO, K₂O, Na₂O, Li₂O, ZrO₂, CaO, MgO, Sb₂O₃, CeO₂, BaO, SnO₂ 등을 포함하고 있어도 되고, 예를 들어, 아모르퍼스 타입의 칼륨 알루미늄노실리케이트 유리 (4SiO₂ · Al₂O₃ · K₂O), 류사이트 결정 타입의 칼륨 알루미늄노실리케이트 유리, 플루오로아파타이트 유리, 및 리튬실리케이트 유리로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1 종을 바람직하게 사용할 수 있다. 이 중, 아모르퍼스 타입의 칼륨 알루미늄노실리케이트 유리가 보다 바람직하다. 또, 상기 결정으로는, 예를 들어, 류사이트, 칼륨장석, 불소 금운모, 다이아사이드, 마이카, β-스포듀민 (LiAlSi₂O₆), β-메타인산칼슘, 아파타이트, 티탄산마그네슘, β-유클립타이트, 알루미늄 등을 들 수 있다.

[0052] 또, 금속 베이킹용 도재, 올세라믹스, 라미네이트 비니어 등의 용도에 따라, 유리 분말 (B) 는, 1 종 단독으로 또는 2 종 이상을 적절히 조합하여 사용할 수 있다.

[0053] 또, 유리 분말 (B) 의 재료가 되는 상기 유리의 원료 물질에는, 폭넓게 일반적으로 사용되고 있는 세라믹스 원료를 사용할 수 있어, SiO₂, Al₂O₃, B₂O₃, ZnO, K₂O, Na₂O, Li₂O, ZrO₂, CaO, MgO, SB₂O₃, CeO₂, BaO, SnO₂ 등의 각 산화물 ; 대기 중에서 가열되었을 때에 SiO₂, Al₂O₃, B₂O₃, ZnO, K₂O, Na₂O, Li₂O, ZrO₂, CaO, MgO, SB₂O₃, CeO₂, BaO, SnO₂ 등의 상기 산화물이 될 수 있는 물질 ; 또는 상기 각 산화물, 그리고, 상기 대기 중에서 가열되었을 때에 상기 각 산화물이 될 수 있는 물질의 혼합물 ; 등을 사용할 수 있다. 그 경우, 미리 얻어지는 유리 조성을 계산에 의해 구하고, 각 원료 조합을 결정하여 혼합된다. 원료 물질을 혼합하는 방법은 특별히 한정되지 않으며, 균일하게 분산되는 것이 바람직하다.

[0054] 이들 혼합된 원료 물질을 약 700 °C 이상에서 가열한다. 가열하는 방법은 특별히 한정되지 않으며, 원료 물질이 전부 용해되어, 균일한 용융물을 생성하면 된다. 당해 용융물을 냉각시키는 방법에 대해서도 특별히 한정되지 않으며, 공냉 등으로 할 수 있다.

[0055] 이와 같이 하여 얻어진 유리괴를 분쇄하고, 분급하여, 입도가 조정된 유리 분말 (B) 가 된다. 유리괴를 분쇄하여 분급하는 방법은 특별히 한정되지 않으며, 분쇄 장치로는, 예를 들어, 조 크러셔, 콘 크러셔 등의 압축 분쇄기 ; 진동 볼밀, 유성 밀 등의 볼밀류 ; 탐식 분쇄기, 교반조형 분쇄기, 애놀러형 분쇄기 등의 매체 교반형 분쇄기 ; 핀 밀, 디스크 밀 등의 고속 회전식 충격 분쇄기 ; 기타 롤 밀 ; 체트 분쇄기 ; 자생 분쇄기 ; 등을 들 수 있다. 분급 장치로는, 예를 들어, 진동식 체, 시프터 등의 체 분급기 ; 사이클론 등의 원심식 분급기 ; 침강 분급기 등의 습식 분급기 ; 등을 들 수 있다. 또한, 이들 분쇄 장치, 또는 분급 장치에 있어서, 금속 불순물의 혼입을 피하기 위해, 수지 또는 유리 등으로 코팅된 장치를 사용하는 것이 바람직하다.

[0056] 성분 (B) 의 평균 입자경은, 바람직하게는 1 ~ 30 μm, 보다 바람직하게는 2 ~ 20 μm, 더욱 바람직하게는 3 ~ 9 μm 이다. 평균 입자경이 1 μm 이상이면 보철물의 투명감의 저하를 억제하기 쉬워지기 때문에 바람직하다. 또, 평균 입자경이 30 μm 이하이면 치과용 도재 페이스트의 복원 용이성을 향상시키기 쉬워지기 때문에 바람직하다.

[0057] 성분 (B) 의 평균 입자경이란, 레이저 회절 산란법을 사용한 측정에 의해 구할 수 있는 체적 기준의 평균 입자경 (D50) 을 가리키고, 예를 들어, 실시예에 기재된 방법에 의해 측정할 수 있다.

[0058] 성분 (B) 의 유리 전이 온도는, 보다 저온에서의 소성이 가능하고, 소성 시간의 단축 등을 할 수 있는 관점에서, 바람직하게는 400 ~ 600 °C, 보다 바람직하게는 420 ~ 580 °C, 더욱 바람직하게는 450 ~ 550 °C

이다. 또, 동일한 관점에서, 성분 (B) 의 연화점은, 바람직하게는 500 ~ 680 °C, 보다 바람직하게는 520 ~ 650 °C, 더욱 바람직하게는 550 ~ 630 °C 이다. 상기 유리 전이 온도가 400 °C 이상인 경우, 또는 상기 연화점이 500 °C 이상인 경우, 소성 중에 성분 (B) 가 늘어져 버리는 것을 방지할 수 있기 때문에 바람직하다.

또, 상기 유리 전이 온도가 600 °C 이하인 경우, 또는 상기 연화점이 680 °C 이하인 경우, 저온에서의 소성이 가능해지기 때문에, 고온 소성에 의해, 이규산리튬계 유리 세라믹스 등으로 제작된 세라믹스 프레임이 변형되는 것을 회피할 수 있기 때문에 바람직하다.

[0059] 성분 (B) 의 선열팽창계수 (50 ~ 500 °C) 는, 지대치의 재질 또는 프레임의 재질 등에 따라 적절히 선택할 수 있어, 특별히 한정되지 않지만, $4.0 \times 10^{-6} \sim 6.0 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 여도 되고, 예를 들어, $6.1 \times 10^{-6} \sim 13.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 여도 되고, $6.3 \times 10^{-6} \sim 12.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 여도 된다. 예를 들어, 지르코니아를 주성분으로 하는 프레임에 치과용 도재 페이스트를 사용하는 경우에는, 상기 성분 (B) 의 선열팽창계수는 $9.0 \times 10^{-6} \sim 11.0 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 가 바람직하다. 예를 들어, 알루미늄을 주성분으로 하는 프레임에 치과용 도재 페이스트를 사용하는 경우에는, 상기 성분 (B) 의 선열팽창계수는 $6.1 \times 10^{-6} \sim 8.8 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 가 바람직하다. 상기 선열팽창계수는, 예를 들어, 시료를 열분석 장치 TMA120 (세이코 인스트루먼트 주식회사 제조, 승온 속도 5 °C/분) 으로 실온에서부터 500 °C 까지 가열하여, 측정할 수 있다. 선열팽창계수의 조정은, 공지된 방법으로 실시할 수 있으며, 예를 들어, K₂O 의 함유량에 의해 조정할 수 있다.

[0060] 성분 (B) 의 함유량은, 성분 (B) 및 성분 (C) 의 합계 100 질량부에 대해, 바람직하게는 40 ~ 80 질량부, 보다 바람직하게는 45 ~ 75 질량부, 더욱 바람직하게는 48 ~ 72 질량부이다.

[0061] <알코올 (C)>

[0062] 상기 알코올 (C) 로는, 예를 들어, 1,2-에탄디올, 1,2-프로판디올, 1,3-프로판디올, 1,2-부탄디올, 1,3-부탄디올, 1,4-부탄디올, 2,3-부탄디올, 1,2-펜탄디올, 1,5-펜탄디올, 2,4-펜탄디올, 1,2-헥산디올, 2,5-헥산디올, 에틸렌글리콜, 디에틸렌글리콜, 트리에틸렌글리콜, 테트라에틸렌글리콜, 폴리에틸렌글리콜 (분자량 : 200 ~ 600), 프로필렌글리콜, 디프로필렌글리콜, 폴리프로필렌글리콜 등의 탄소수 2 ~ 15 의 직사슬을 갖는 2 가 알코올 화합물 ; 1-메틸-1,3-프로판디올, 2-메틸-1,3-프로판디올, 2-메틸-1,4-부탄디올, 3-메틸-1,3-부탄디올, 2-메틸-2,4-펜탄디올, 3-메틸-1,5-펜탄디올, 2,4-디에틸-1,5-펜탄디올, 2-에틸-1,3-헥산디올 등의 탄소수 3 ~ 20 의 분기 사슬을 갖는 2 가 알코올 화합물 ; 3-벤질옥시-1,2-프로판디올, 4-벤질옥시-1,2-부탄디올, 메탄올, 에탄올, 1-프로판올, 2-프로판올, 이소프로판올, 1-부탄올, 2-부탄올, 1-헵탄올, 2-헵탄올, 3-헵탄올, 1-헥산올, 2-헥산올, 3-헥산올, 2-메틸-1-펜탄올, 3-메틸-1-펜탄올, 4-메틸-1-펜탄올, 2-메틸-2-펜탄올, 2-메틸-3-펜탄올, 2,2-디메틸-1-부탄올, 2-에틸-1-부탄올, 2-페녹시에탄올, 에틸렌글리콜모노메틸에테르, 에틸렌글리콜모노에틸에테르, 프로필렌글리콜모노메틸에테르, 프로필렌글리콜모노에틸에테르, 에틸렌글리콜모노부틸에테르, 디에틸렌글리콜모노메틸에테르, 디에틸렌글리콜모노에틸에테르, 프로필렌글리콜모노프로필에테르, 디프로필렌글리콜모노에틸에테르, 트리프로필렌글리콜모노메틸에테르, 디에틸렌글리콜모노부틸에테르, 트리에틸렌글리콜모노메틸에테르, 글리세린, 1,2,3-부탄트리올, 1,2,6-헥산트리올을 들 수 있다.

[0063] 성분 (C) 는, 1 종 단독으로 또는 2 종 이상을 적절히 조합하여 사용할 수 있다.

[0064] 성분 (C) 로는, 20 °C 에서 액체의 알코올인 것이 바람직하다.

[0065] 또, 성분 (C) 의 비점은, 바람직하게는 100 ~ 300 °C, 보다 바람직하게는 100 ~ 250 °C, 더욱 바람직하게는 100 ~ 230 °C 이다.

[0066] 또, 성분 (C) 는, 2 가 알코올을 포함하는 것이 바람직하고, 1,2-프로판디올, 1,3-부탄디올, 1,4-부탄디올, 1-메틸-1,3-프로판디올, 2-메틸-1,3-프로판디올, 2-메틸-1,4-부탄디올, 3-메틸-1,3-부탄디올, 2-메틸-2,4-펜탄디올, 3-메틸-1,5-펜탄디올, 2,4-디에틸-1,5-펜탄디올, 및 2-에틸-1,3-헥산디올로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1 종을 포함하는 것이 보다 바람직하고, 1,2-프로판디올, 1,3-부탄디올, 1,4-부탄디올, 3-메틸-1,5-펜탄디올, 및 2-에틸-1,3-헥산디올로 이루어지는 군에서 선택되는 적어도 1 종을 포함하는 것이 더욱 바람직하다.

[0067] 성분 (C) 중, 2 가 알코올의 함유량은, 성분 (C) 의 전체량 100 질량% 중, 바람직하게는 60 ~ 100 질량%, 보다 바람직하게는 80 ~ 100 질량%, 더욱 바람직하게는 90 ~ 100 질량% 이고, 그리고, 100 질량% 여도 된다.

[0068] 성분 (C) 의 함유량은, 특별히 한정되지 않지만, 성분 (B) 및 성분 (C) 의 합계 100 질량부에 대해, 바람직하게는 20 ~ 60 질량부, 보다 바람직하게는 25 ~ 55 질량부, 더욱 바람직하게는 28 ~ 52 질량부이다. 성분

(C) 의 상기 함유량이 20 질량부 이상이면, 성분 (B) 와 성분 (C) 의 혼련성이 향상되어, 페이스트화하기 쉬워지기 때문에 바람직하다. 또, 상기 성분 (C) 의 함유량이 60 질량부 이하이면, 치과용 도재 페이스트 중의 유리 성분량을 확보하기 쉬워, 도재 축성을 충분히 실시하기 쉬워지기 때문에 바람직하다.

[0069] 또, 본 발명의 효과를 보다 발휘하기 쉽게 하는 관점에서, 상기 치과용 도재 페이스트에 있어서의 성분 (A), 성분 (B), 및 성분 (C) 의 합계 함유량은, 상기 치과용 도재 페이스트 100 질량% 중, 바람직하게는 75 질량% 이상, 보다 바람직하게는 80 질량% 이상, 더욱 바람직하게는 90 질량% 이상, 보다 더 바람직하게는 95 질량% 이상이고, 그리고, 100 질량% 이하이다. 바꾸어 말하면, 상기 치과용 도재 페이스트의 일 양태에 있어서, 상기 치과용 도재 페이스트에 있어서의 성분 (A), 성분 (B), 및 성분 (C) 의 합계 함유량은, 상기 치과용 도재 페이스트 100 질량% 중, 바람직하게는 75 ~ 100 질량%, 보다 바람직하게는 80 ~ 100 질량%, 더욱 바람직하게는 90 ~ 100 질량%, 보다 더 바람직하게는 95 ~ 100 질량% 이다.

[0070] <임의의 성분>

[0071] 상기 치과용 도재 페이스트에는, 상기 성분 (A) ~ (C) 이외에도, 본 발명의 효과를 저해하지 않는 한, 필요에 따라, 추가로 다른 성분 (임의의 성분) 을 포함해도 된다. 이와 같은 다른 성분으로는, 물, 착색제, pH 조정제, 중합 촉진제, 중합 개시제 등을 들 수 있다.

[0072] 상기 착색제는 비정질이어도 되고 결정질이어도 된다. 착색제로는, 예를 들어, 무기 안료나 유탁제 등의 안료, 소성시에 탈색되는 착색제 등을 들 수 있다.

[0073] 상기 무기 안료로는, 예를 들어, 산화프라세오디뮴, 산화바나듐, 산화철, 산화니켈, 산화크롬, 산화망간, 산화세륨, 산화주석 화합물 (예를 들어, 산화주석(II), 산화주석(IV)를 성분으로 한 복합 산화물 (예를 들어, 바나듐주석 옐로, 크롬주석 핑크 등)), 비스무트바나듐 옐로, 바나듐지르코늄 옐로, 프라세오디뮴 옐로, 코발트 블루, 망간 핑크, 크롬알루미나 핑크, 크롬철아연, 산화티탄 (TiO₂), 산화지르코늄 (ZrO₂) 등을 들 수 있다.

[0074] 또, 상기 유탁제로는, 예를 들어, 규산지르코늄, 산화주석(IV), 산화지르코늄 (ZrO₂), 산화아연, 산화티탄 (TiO₂), 산화알루미늄 등을 들 수 있다. 이들은, 원하는 색조에 따라 적절히 함유되고, 백색의 색조를 구하는 경우에는, 규산지르코늄을 5 ~ 20 질량% 첨가하는 것이 바람직하다.

[0075] 또, 소성시에 탈색하는 착색제로는, 유기 용매에 용해되는 식용 색소를 들 수 있다. 식용 색소로는, 황색 4 호 (타트라진), 황색 5 호 (선셋 옐로 FCF), 적색 2 호 (애머랜스), 적색 102 호 (뉴록신), 청색 1 호 (브틸리언트 블루 FCF), 청색 2 호 (인디고 카민), 녹색 3 호 (패스트 그린 FCF), 적색 102 호 (뉴록신) 등의 방향족기를 2 개 이상 함유하는 유기 색소 ; 애시드 레드 289, 브로모피로갈롤 레드, 로다민 B, 로다민 6G, 로다민 6GP, 로다민 3GO, 로다민 123, 에오신, 에오신 B, 에오신 Y, 플루오레세인, 플루오레세인 이소티오시아네이트 등의 크산텐을 모핵으로 하는 축합 방향족기를 함유하는 유기 색소 (크산텐계 색소) ; 코치닐 색소 (카르민산 색소) ; 비트레드 (주성분 : 이소베타닌 및 베타닌), 베타닌, 이소베타닌, 프로베타닌, 네오베타닌 등의 베타레인계 색소 등을 들 수 있다.

[0076] 본 발명의 일 양태인 치과용 도재 페이스트의 바람직한 제조 방법으로는, 적어도 상기 성분 (A), 성분 (B), 및 성분 (C) 를 혼합하는 공정을 갖는 제조 방법을 들 수 있다. 혼합의 조건은, 특별히 한정되지 않아, 함유시키는 성분을 일괄 투입해도 되고, 분할 투입해도 된다. 혼합하는 혼련기는 통상의 혼련기를 사용할 수 있다. 예를 들어, 유발, 2 축 혼련기 (트윈 믹스), 3 축 혼련기 (트리 믹스), 니더, 플래너터리 믹서 등을 들 수 있다. 이들 중, 유발, 플래너터리 믹서를 사용하는 것이 바람직하다.

[0077] 본 발명의 일 양태에 있어서, 상기 치과용 도재 페이스트는, 광경화성 수지를 실질적으로 포함하지 않는 것이 바람직하다. 상기 「광경화성 수지를 실질적으로 포함하지 않는」이란, 구체적으로는, 상기 치과용 도재 페이스트 100 질량% 중, 상기 광경화성 수지가, 3 질량% 이하, 바람직하게는 1 질량% 이하, 보다 바람직하게는 0.1 질량% 이하, 더욱 바람직하게는 0.05 질량% 이하인 것을 의미한다. 바꾸어 말하면, 본 발명의 일 양태에 있어서, 상기 광경화성 수지의 함유량은, 상기 치과용 도재 페이스트 100 질량% 중, 바람직하게는 0 ~ 3 질량%, 보다 바람직하게는 0 ~ 1 질량%, 더욱 바람직하게는 0 ~ 0.1 질량%, 보다 더 바람직하게는 0 ~ 0.05 질량% 이다. 또, 본 발명의 일 양태인 치과용 도재 페이스트는, 광경화성 수지를 포함하지 않는, 즉, 0 질량% 인 것이 보다 바람직하다.

[0078] 또, 상기 광경화성 수지는, 예를 들어, X 선, 자외선, 가시광 등의 에너지선에 의해 경화되는 수지이다. 상기 광경화성 수지로는, 예를 들어, 우레탄아크릴레이트, 에폭시아크릴레이트계 수지 등의 라디칼 중합형 광경화

성 수지, 에폭시 수지 등의 카티온 중합계 광경화성 수지 등을 들 수 있다.

- [0079] 본 발명의 일 양태에 있어서, 상기 치과용 도재 페이스트는, 친수기를 갖는 유기 고분자 재료의 함유량이, 상기 치과용 도재 페이스트 100 질량% 중, 0.5 질량% 미만이어도 되고, 0.3 질량% 이하여도 되고, 또는 0.1 질량% 이하여도 된다. 바꾸어 말하면, 본 발명의 일 양태에 있어서, 상기 친수기를 갖는 유기 고분자 재료의 함유량은, 상기 치과용 도재 페이스트 100 질량% 중, 0 ~ 0.5 질량% 여도 되고, 0 ~ 0.3 질량% 여도 되고, 또, 0 ~ 0.1 질량% 여도 된다.
- [0080] 상기 유기 고분자 재료란, 예를 들어, 중량 평균 분자량이 1,000 이상인 유기 화합물이어도 되고, 상기 중량 평균 분자량은, 예를 들어, 겔 퍼미에이션 크로마토그래피에 의한 표준 폴리스티렌 환산으로 구해지는 값을 사용할 수 있다.
- [0081] 또, 본 발명의 일 양태인 치과용 도재 페이스트는, 사용시에 축성이 가능한 페이스트상이 되면 되기 때문에, 예를 들어, 성분 (A) 와 성분 (C) 를 포함하는 액성분 (제 1 제) 과, 성분 (B) 를 포함하는 분 (粉) 성분 (제 2 제) 으로 이루어지는 치과용 도재 키트로서 제공하고, 사용자에게 의해 사용 직전에 제 1 제와 제 2 제를 혼합하여, 치과용 도재 페이스트로 해도 된다. 또 다른 예로서, 성분 (C) 의 일부를 분포할 수도 있어, 예를 들어, 성분 (A), 성분 (B) 및 성분 (C) 의 일부를 함유하는 프리페이스트와, 성분 (C) 의 잔부로 이루어지는 치과용 도재 키트로서 제공하고, 사용자에게 의해 사용 직전에 상기 프리페이스트에, 상기 성분 (C) 의 잔부를 첨가하여, 상기 치과용 도재 페이스트로서 사용해도 된다. 이와 같은 키트의 형태에 있어서, 전술한 설명에 기초하여, 각 성분의 종류, 함유량 등을 적절히 변경할 수 있으며, 임의의 성분에 대하여, 추가, 삭제 등의 변경을 할 수 있다. 또, 본 발명의 일 양태인 치과용 도재 페이스트가, 치과용 도재 키트로서 제공되는 경우, 치과용 도재 페이스트로서 사용될 때에, 상기 치과용 도재 페이스트의 요건을 만족시키고 있으면 된다. 예를 들어, 상기 키트를 구성하는 각 제 중 적어도 1 제가, 이미 상기 치과용 도재 페이스트의 요건을 만족시키고 있어도 되고, 또는, 각 제를 혼합함으로써, 비로소 상기 치과용 도재 페이스트의 요건을 만족시키도록 각 제의 조성이 설계되어 있어도 된다.
- [0082] [치과용 도재 페이스트의 용도 등]
- [0083] 본 발명의 일 양태인 치과용 도재 페이스트는, 예를 들어, 세라믹제 인레이, 온레이, 라미네이트 비니어, 및 크라운 등의 치과용 보철물의 제작에 사용할 수 있다.
- [0084] 또, 본 발명의 일 양태인 치과용 도재 페이스트를 축성하는 대상이 되는 프레임으로는, 특별히 한정되지 않아, 예를 들어, 금속 프레임, 세라믹 프레임 (예를 들어, 지르코니아 프레임) 등을 들 수 있다.
- [0085] 또, 상기 치과용 도재 페이스트의 사용 용도는 특별히 한정되지 않아, 예를 들어, 보디 도재 (덴틴색 도재), 서비컬 도재, 인시절 도재 (에나멜색 도재), 트랜스루션트 도재, 오페이크 도재, 스테인 도재 등으로서 사용할 수 있다.
- [0086] 치과용 보철물을 제작하기 위해서는, 상기 치과용 도재 페이스트를 축성한 후에, 소성한다. 소성 온도 (소성 최고 온도) 는, 도재의 종류, 사용 형태 등에 따라 적절히 변경할 수 있기 때문에, 특별히 한정되지 않지만, 바람직하게는 700 °C 이상, 보다 바람직하게는 730 °C 이상, 더욱 바람직하게는 740 °C 이상이고, 그리고, 바람직하게는 1050 °C 이하, 보다 바람직하게는 1000 °C 이하, 더욱 바람직하게는 980 °C 이하이다. 전술한 바와 같이, 이들 단계적으로 기재된 하한값 및 상한값은, 각각 독립적으로 조합할 수 있다. 예를 들어, 상기 소성 온도 (소성 최고 온도) 의 일 양태로서, 바람직하게는 700 ~ 1050 °C, 보다 바람직하게는 730 ~ 1000 °C, 더욱 바람직하게는 740 ~ 980 °C 이다. 소성 최고 온도까지의 소성시의 승온 온도는, 도재의 종류에 따라 적절히 변경할 수 있어, 특별히 한정되지 않지만, 바람직하게는 10 ~ 70 °C/분, 보다 바람직하게는 15 ~ 60 °C/분, 더욱 바람직하게는 20 ~ 50 °C/분이다.
- [0087] 또, 상기 치과용 도재 페이스트를 축성한 후의 소성을 실시하기 전에, 상기 치과용 도재 페이스트를 건조시켜도 되고, 건조 조건은 특별히 한정되지 않는다. 또한, 상기 치과용 도재 페이스트를 축성한 후의 소성은, 유리 분말 (B) 의 내부에 존재하는 기포를 대폭 감소시켜 얻어지는 치과용 보철물이 보다 투명성이 우수하고, 보다 우수한 심미성이 얻어지는 점에서, 진공하에서 실시하는 진공 소성으로 해도 된다. 진공 소성에 있어서의 진공도는, 특별히 한정되지 않아, 예를 들어, 750 mmHg 이하여도 된다. 진공화를 개시하는 온도는, 특별히 한정되지 않아, 예를 들어, 550 ~ 700 °C 여도 된다.
- [0088] 본 발명의 다른 실시형태로는, 이빨을 치료 (예를 들어, 심미 치과 치료, 결손치 치료, 인공치 등의 보철 수복 치료, 충치 치료 등) 하기 위한, 성분 (A), 성분 (B), 및 성분 (C) 를 함유하는 치과용 도재 페이스트의 사용을

들 수 있다.

- [0089] 상기한 어느 실시형태에 있어서나, 전술한 설명에 기초하여, 각 성분의 종류, 함유량 등을 적절히 변경할 수 있으며, 임의의 성분에 대하여, 추가, 삭제 등의 변경을 할 수 있다. 또, 상기한 어느 실시형태에 있어서나, 각 치과용 도재 페이스트의 조성 및 특성의 값을 적절히 변경하여 조합할 수도 있다. 따라서, 전술한 치과용 도재 페이스트는, 본 발명의 효과를 발휘하는 한, 1 종 단독으로 또는 2 종 이상을 적절히 조합하여 사용할 수도 있다.
- [0090] 본 발명은, 본 발명의 효과를 발휘하는 한, 본 발명의 기술적 사상의 범위 내에서, 상기의 구성을 여러 가지 조합한 실시형태를 포함한다.
- [0091] 실시예
- [0092] 다음으로, 실시예를 들어 본 발명을 더욱 구체적으로 설명하지만, 본 발명은 이들 실시예에 의해 전혀 한정되는 것이 아니다.
- [0093] [실시예 1 ~ 24 및 비교예 1 ~ 4]
- [0094] 각 실시예 및 비교예의 치과용 도재 페이스트를 이하와 같이 조제하고, 그 특성을 평가하였다. 결과를 하기 표 1 ~ 3 에 나타낸다.
- [0095] < 치과용 도재 페이스트의 조제 >
- [0096] 하기 표 1 ~ 3 에 기재된 각 성분을, 표 1 ~ 3 에 기재된 함유량 (질량부) 으로, 상온하, 약 10 분간 유발 중에서 혼합하여, 치과용 도재 페이스트를 조제하였다. 또한, 사용한 성분에 대해서는, 이하와 같다.
- [0097] (양이온 계면 활성제 : 성분 (A))
- [0098] · 염화세틸피리디늄 1 수화물 (후지필름 와코 순약 주식회사 제조, 백색 고체)
- [0099] · 염화라우릴트리메틸암모늄 (후지필름 와코 순약 주식회사 제조, 백색 고체)
- [0100] · 염화도데실피리디늄 (후지필름 와코 순약 주식회사 제조, 백색 고체)
- [0101] · 염화트리메틸스테아릴암모늄 (도쿄 화학 공업 주식회사 제조, 백색 고체)
- [0102] · 염화디메틸디옥타데실암모늄 (후지필름 와코 순약 주식회사 제조, 백색 고체)
- [0103] · 염화벤질디메틸테트라데실암모늄 (후지필름 와코 순약 주식회사 제조, 백색 고체)
- [0104] · 브롬라우릴트리메틸암모늄 (도쿄 화학 공업 주식회사 제조, 백색 고체)
- [0105] · 브롬트리메틸스테아릴암모늄 (도쿄 화학 공업 주식회사 제조, 백색 고체)
- [0106] (유리 분말 : 성분 (B))
- [0107] 유리 분말은, SiO₂, Al₂O₃, ZnO, K₂O, Na₂O, Li₂O, CaO, MgO, Sb₂O₃, CeO₂ 및 BaO 로 이루어지는 아모르퍼스 타입의 칼륨 알루미늄노실리케이트 유리 프릿을 유성 밀로 분쇄하여, 표 1 ~ 3 에 기재된 평균 입자경의 분말을 제작하였다. 평균 입자경은 레이저 회절·산란법으로 체적 기준의 평균 입자경 (D50) 의 측정을 실시하였다. 측정 장치는 Microtrac (등록상표) MT3300II (마이크로트랙 벨 주식회사) 를 사용하고, 분산매로서 물을 사용하여 측정하였다.
- [0108] (알코올 : 성분 (C))
- [0109] · 1,3-부탄디올 (칸토 화학 주식회사 제조)
- [0110] · 1,2-프로판디올 (칸토 화학 주식회사 제조)
- [0111] · 3-메틸-1,5-펜탄디올 (주식회사 쿠라레 제조)
- [0112] · 2-페녹시에탄올 (후지필름 와코 순약 주식회사 제조)
- [0113] · 글리세린 (칸토 화학 주식회사 제조)
- [0114] (양이온 계면 활성제로 바꾸어 사용한 첨가제 (표 3 중의 「기타」 성분))

- [0115] · 폴리에틸렌글리콜모노스테아레이트 (도쿄 화학 공업 주식회사 제조, 백색 왁스상)
- [0116] · 「에어로실 (등록상표) R976S」 (닛폰 에어로실 주식회사 제조, 소수성 미립자 실리카, 백색 분말)
- [0117] · 크산탄 검 (도쿄 화학 공업 주식회사 제조, 연노랑색 고체)
- [0118] (계면 활성제의 강열 잔분의 평가)
- [0119] 도가니에, 상기 양이온 계면 활성제, 폴리에틸렌글리콜모노스테아레이트, 또는, 크산탄 검을, 각각 0.3 g 측정하여, 전기로에 넣고, 승온 속도 20 °C/분으로 400 °C 까지 승온시키고, 400 °C 에서 유지하여 1 시간 가열하였다. 전기로 내는 대기 조건하에서 가열하였다. 가열 후에 얻어진 잔분의 중량을 측정하고, 하기의 산출식으로부터 강열 잔분을 구하였다.
- [0120] 또, 강열 잔분이 0.5 % 이하인 계면 활성제는 분해점이 400 °C 이하라고 평가하였다. 또한, 상기 양이온 계면 활성제의 분해점은 400 °C 이하인 것이 바람직하다.
- [0121] 또, 비교예 2 및 4 에서, 상기 양이온 계면 활성제로 바꾸어 사용한 첨가제의 강열 잔분도 마찬가지로 평가하였다.
- [0122] · 강열 잔분 (질량%) = $\{(400 \text{ °C 에서 } 1 \text{ 시간 가열한 후의 샘플 중량 [g]}) / (\text{가열 전의 샘플 중량 [g]})\} \times 100$
- [0123] ※가열 전의 샘플 중량 = 0.3 g
- [0124] <치과용 도재 페이스트의 평가>
- [0125] (1) 장기간 정치 (靜置) 후의 복원 용이성의 평가
- [0126] 상기 실시예 및 비교예에서 조제한 치과용 도재 페이스트를, 20 ml 용기 내에 10 g 측정하고, 60 °C 의 항온조 내에 2 주간 정치하여, 시험체로 하였다. 2 주간 정치 후의 시험체를 23 °C 까지 냉각 후에, 스테인리스제 스패툴라로, 정치 전의 조제한 페이스트의 상태가 될 때까지 손으로 교반하였다. 교반에 드는 시간과 노력을, 이하의 기준으로 평가하였다.
- [0127] <평가 기준>
- [0128] A : 스테인리스제 스패툴라가 시험체에 용이하게 꽂히고, 교반 개시 후 1 분 이내에 정치 전의 상태가 된다.
- [0129] B : 스테인리스제 스패툴라가 시험체에 꽂히고, 교반 개시 후 1 분을 초과하고 3 분 이내에 정치 전의 상태가 된다.
- [0130] C : 스테인리스제 스패툴라가 시험체에 잘 꽂히지 않고, 교반 개시 후 3 분을 초과하고 10 분 이내에 정치 전의 상태가 된다.
- [0131] D : 스테인리스제 스패툴라가 시험체에 꽂히지 않을 정도로 고화되고, 교반 개시 후 10 분을 초과하여 교반을 계속해도, 고화를 풀 수 없어, 정치 전의 상태가 되지 않는다.
- [0132] (2) 소성 후의 외관 평가
- [0133] 상기 실시예 및 비교예에서 조제한 치과용 도재 페이스트를 세로 10 mm × 가로 35 mm 의 지르코니아 플레이트 상에 0.2 mm 두께로 도포한 시료와, 1.0 mm 두께로 도포한 시료를 준비하고, 각각 표 1 ~ 3 에 기재된 온도에서 진공 소성을 실시하여, 소결체를 얻었다.
- [0134] 얻어진 각 소결체의 외관을 육안으로 확인하고, 이하의 기준으로 평가하였다 (N = 3).
- [0135] <평가 기준>
- [0136] A : 0.2 mm 두께, 1.0 mm 두께의 소결체 모두 유리가 변색되지 않고, 투명하다.
- [0137] B : 0.2 mm 두께의 소결체에서는 유리의 변색이 없어, 투명감이 있지만, 1.0 mm 두께의 소결체에서는 유리가 그레이로 변색되어, 투명감의 저하를 볼 수 있다.
- [0138] C : 0.2 mm 두께, 1.0 mm 두께의 소결체 모두 유리가 그레이로 변색되어, 투명감의 저하를 볼 수 있다.

표 1

		실시에 No.												
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	
장분	염화세틸피리디늄 1 수화물	[질량부]	0.001	0.005		0.2								
	염화리우릴트리메틸암모늄	[질량부]			0.01									
	염화도데실피리디늄	[질량부]												
	(A)	브롬화리우릴트리메틸암모늄	[질량부]				0.2					1.0	1.0	0.5
		(*1)	염화트리메틸스테아릴암모늄	[질량부]										
			염화디메틸디옥타데실암모늄	[질량부]										
	(B)	염화벤질디메틸테트라데실암모늄	[질량부]											
		유리 분말	브롬화트리메틸스테아릴암모늄	[질량부]										
				[질량부]	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0
	(C)	1,3-부탄디올	[질량부]	30.0	30.0	30.0	30.0	30.0	30.0	30.0	30.0	30.0	30.0	50.0
		1,2-프로판디올	[질량부]									30.0		
		3-메틸-1,5-펜탄디올	[질량부]											
		2-페녹시에탄올	[질량부]											
		글리세린	[질량부]											
	성분 (A)의 강열 잔분		[%]	0.2	0.2	0.1	0.2	0.1	0.2	0.2	0.1	0.1	0.4	0.1
성분 (B)의 평균 입자경		[μ m]	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	
평가 (1) : 장기간 경치 후의 복원 용이성		[-]	C	B	A	A	A	A	A	A	A	A	B	
평가 (2) : 소성 후의 외관 평가		[-]	A	A	A	A	A	A	B	B	B	A	A	
평가 (2)의 소성 온도		[$^{\circ}$ C]	740	740	740	740	740	740	740	740	740	740	740	

(*1): 성분 (B) 100 질량부에 대한 함유량.

표 2

성분	실시예 No.											
	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24
염화세틸피리디늄 1 수화물	[질량부]											
염화라우릴트리메틸암모늄	[질량부]							0.5	0.5	0.5	0.5	
염화도데실피리디늄	0.5	0.5										0.5
(A) 브롬화라우릴트리메틸암모늄	[질량부]											
(*)1 염화트리메틸스테이릴암모늄	[질량부]		0.2	0.5								
염화디메틸디옥타데실암모늄	[질량부]				0.5							
염화벤질디메틸테트라데실암모늄	[질량부]					0.5						
브롬화트리메틸스테이릴암모늄	[질량부]						0.2					
(B) 유리 분말	50.0	50.0	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0
1,3-부탄디올	50.0		30.0	30.0		30.0	30.0	20.0	20.0	30.0		
1,2-프로판디올					30.0						30.0	30.0
(C) 3-메틸-1,5-펜탄디올		50.0										
2-페녹시에탄올	[질량부]							10.0				
글리세린	[질량부]								10.0			
성분 (A)의 강열 잔분	[%]	0.2	0.2	0.9	0.9	0.7	2.5	7.9	0.2	0.2	0.2	0.2
성분 (B)의 평균 입자경	[μm]	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	25.0	25.0
평가 (1) : 장기간 경치 후의 복원 용이성	[-]	B	B	A	A	A	A	A	A	A	B	B
평가 (2) : 소성 후의 외관 평가	[-]	A	A	A	B	B	B	B	A	A	A	A
평가 (2)의 소성 온도	[$^{\circ}\text{C}$]	740	740	740	740	740	740	740	740	760	760	760

(*)1: 성분 (B) 100 질량부에 대한 함유량.

표 3

			비교예 No.				
			1	2	3	4	
성 분	(B)	유리 분말	[질량부]	70.0	70.0	70.0	70.0
	(C)	1,3-부탄디올	[질량부]	30.0	30.0	30.0	
		1,2-프로판디올	[질량부]				30.0
		3-메틸-1,5-펜탄디올	[질량부]				
		2-페녹시에탄올	[질량부]				
		글리세린	[질량부]				
	기 타 (*1)	폴리에틸렌글리콜모노스테아레이트	[질량부]		1		
		에어로실 R976S	[질량부]			2	
		크산탄 검	[질량부]				1
	기타 성분의 강열 잔분			[%]	—	0.3	—
성분 (B)의 평균 입자경			[μm]	5.0	5.0	5.0	5.0
평가 (1) : 장기간 정치 후의 복원 용이성			[-]	D	D	D	B
평가 (2) : 소성 후의 외관 평가			[-]	A	A	A	C
평가 (2)의 소성 온도			[°C]	740	740	740	740

(*1): 성분 (B) 100 질량부에 대한 함유량.

[0141]

[0142]

표 1 및 표 2의 결과로부터, 성분 (A) ~ 성분 (C)를 함유하는 실시예 1 ~ 24의 치과용 도재 페이스트는, 장기 보관한 경우에 발생하는 침강층이 고화되지 않아, 장기 보관 후의 치과용 도재 페이스트를 재차 사용하는 때에도 용이하게 치과용 도재 페이스트를 제작한 직후의 상태로 되돌릴 수 있는 것을 알 수 있다. 또, 소성시의 외관의 저하가 억제되어 있는 것을 알 수 있다.

[0143]

한편, 표 3의 결과로부터, 성분 (A)를 함유하지 않는 비교예 1의 치과용 도재 페이스트는, 장기간 보관한 경우에 고화되고, 스페큘라에 의한 교반으로는 고화를 풀 수 없어, 보관 전의 상태로 되돌아가지 않는 것을 알 수 있다.

[0144]

또, 성분 (A)대신에, 폴리에틸렌글리콜모노스테아레이트 또는 소수성 미립자 실리카를 함유하는 비교예 2 또는 비교예 3의 치과용 도재 페이스트도, 장기간 보관한 경우에 고화되고, 스페큘라에 의한 교반으로는 고화를 풀 수 없어, 보관 전의 상태로 되돌아가지 않는 것을 알 수 있다.

[0145]

또, 성분 (A)대신에, 크산탄 검을 함유하는 비교예 4의 치과용 도재 페이스트에서는, 소성 후의 외관이 현저히 저하되어 있는 것을 알 수 있다. 이것은 고분자 화합물인 크산탄 검이 완전히 소각되어 있지 않은 것에서 기인하는 것으로 추찰된다.

[0146]

산업상 이용가능성

[0147]

본 발명의 치과용 도재 페이스트는, 소성시의 외관의 저하를 억제할 수 있고, 또한 장기간 보관한 경우에도 복원 용이성이 우수하다.

[0148]

그리고, 본 발명의 치과용 도재 페이스트는, 장기간 보관 후에도, 복원 용이성이 우수하기 때문에, 치과 기공사의 수작업에 의해, 바람직한 조작성을 재현할 수 있다. 또, 소성시의 외관의 저하를 억제할 수 있는 점에서, 색조를 정확하게 조정할 수 있다.

[0149]

그 때문에, 본 발명의 치과용 도재 페이스트는, 천연치에 가까운 심미성을 갖는 인공치 등의 보철 수복에 사용되며, 치과 기공사의 수작업에 의한 축성시에 있어서, 장기 보관 후에도 바람직하게 사용되는 치과용 도재 페이스트로서 바람직하게 사용할 수 있다.

[0150]

또, 특히, 세라믹스 치관의 수요가 점점 증대되고, 개개의 심미 요구가 높아지고 있음에 따라, 치과용 도재의 사용 빈도가 증가할 것이 예상되기 때문에, 본 발명의 치과용 도재 페이스트는 유용하다.