

ROYAUME DE BELGIQUE

# BREVET D'INVENTION



MINISTERE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

NUMERO DE PUBLICATION : 1001010A4

NUMERO DE DEPOT : 8700247

Classif. Internat.: A61K C04B

Date de délivrance : 13 Juin 1989

Le Ministre des Affaires Economiques,

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

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

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

Vu le procès verbal dressé le 12 Mars 1987 à 15h30  
à l' Office de la Propriété Industrielle

## ARRETE :

ARTICLE 1.- Il est délivré à : G-C DENTAL INDUSTRIAL CORP.  
76-1 Hasunuma-cho Itabashi-ku, Tokyo(JAPON)

représenté(e)s par : VIGNERON Jean, CABINET VIGNERON, Av. Gén.de  
Longueville 22 Bt 13 - 1150 BRUXELLES.

un brevet d' invention d' une durée de 20 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : COMPOSITIONS DE REVETEMENT DENTAIREES SOUS FORME PULVERULENTE A FAIBLE FORMATION DE POUSSIERE.

INVENTEUR(S) : Nobukazu Ohi, 4-44-1 Shiraitodai, Fuchu-shi, Tokyo (JP); Hiroshi Kamohara, 4-5-17-204 Kanamachi, Katsushika-ku, Tokyo (JP); Shunichi Futami, 724-77 Higashifukai, Nagareyama-shi, Chiba-Ken (JP)

Priorité(s) 12.03.86 JP JPA 5262286

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) demandeur(s).

Bruxelles, le 13 Juin 1989  
PAR DELEGATION SPECIALE :

  
WUYTS L.  
Directeur

Compositions de revêtement dentaires sous forme pulvérulente  
à faible formation de poussière

La présente invention est relative à une composition de revêtement dentaire sous forme pulvérulente, qui est utilisée pour la préparation de matières de reconstitution moulées à placer dans la bouche, dans le domaine dentaire.

Jusqu'à présent, des matières de reconstitution métalliques dentaires ont été préparées par des techniques de moulage à modèle perdu de précision, y compris le procédé à cire perdue. Suivant ce procédé, le contour d'une matière de reconstitution est formé avec une cire, puis un conduit de coulée (un orifice de versage) y est formé, ensuite le produit ainsi obtenu est revêtu, puis le conduit de coulée en est retiré après la solidification de la matière de revêtement, ensuite la cire est éliminée thermiquement, et ensuite un métal en fusion est versé dans l'espace libre dudit contour d'une matière de reconstitution dans la matière de revêtement, grâce à une coulée définie par le conduit de coulée. Les matières de reconstitution métalliques dentaires doivent avoir une précision de dimension élevée, en particulier parce qu'elles sont appliquées dans la cavité buccale dans le but de reconstituer une dent manquante. Afin d'obtenir des matières de reconstitution métalliques dentaires possédant une précision de dimension élevée, il faut que le retrait de métaux dus à leur solidification et refroidissement soit compensé, en faisant appel à la dilatation des matières de revêtement dentaires pendant la solidification et le chauffage.

Pour de telles matières de revêtement dentaires,

on utilise largement des matières de revêtement ou garnissage à base de gypse obtenues en mélangeant une matière réfractaire telle que du quartz et/ou de la christobalite avec du gypse hémihydrate servant de liant, et des matières de revêtement à base de phosphate hautement résistantes à la chaleur obtenues en mélangeant la matière réfractaire avec de l'oxyde de magnésium et du phosphate soluble agissant comme liants. Habituellement, un opérateur pèse un revêtement pulvérulent avec un mesureur de poudre fixé à un récipient, il mesure avec précision une quantité correspondante prescrite d'eau ou d'un liquide spécifié pour la placer dans un petit bol fait de caoutchouc et il les mélange ensemble en utilisant une spatule en plâtre pour former un coulis de revêtement qui, à son tour, est versé dans un anneau de coulée portant un modèle en cire. Etant donné qu'une telle composition de revêtement dentaire sous forme pulvérulente est à l'état desséché, de telle sorte qu'il faut beaucoup de temps pour que de l'eau s'y infiltre et lui donne de l'humidité, une formation de poussière se produit lors du mélange avec de l'eau ou un liquide spécifié dans un petit bol fait de caoutchouc, pour former un coulis de revêtement. On observe aussi qu'une formation de poussière se produit quand on vide cette composition d'un récipient à l'autre ou qu'on la pèse. La poussière résultante pose un problème pour la santé au voisinage, à cause de son irritation et du danger pour l'organisme humain, qui est indiqué comme l'un des inconvénients des compositions de revêtement dentaires sous forme pulvérulente.

Jusqu'à présent, le revêtement ou garnissage dentaire offre un autre inconvénient en ce que la prise et la dilatation thermique du revêtement afin de compenser le retrait d'un métal varient et la résistance à la compression du revêtement solidifié se réduit, étant donné que le temps de prise et la consistance augmentent ou diminuent pendant l'entreposage, et la dilatation de prise et la dilatation thermique

ont une influence décisive sur le temps de prise et la consistance.

En gardant ce qui précède présent à l'esprit, les inventeurs ont effectué de longues et intenses recherches dans le but de mettre au point une composition de revêtement dentaire sous forme pulvérulente qui n'entraîne pas l'apparition de poussière pendant l'utilisation, ne subit aucune réduction de qualité pendant l'entreposage - ceci signifie qu'elle possède une excellente stabilité d'entreposage -, et une fois solidifiée, ne présente aucun signe d'une quelconque réduction de la résistance à la compression. Comme résultat, il a été découvert que le but précité est atteint en laissant un agent mouillant et un agent tensio-actif anionique coexister avec une composition de revêtement dentaire sous forme pulvérulente, cette composition comprenant une matière réfractaire constituée par du quartz ou de la christobalite, et un liant constitué par du gypse hémihydrate ou un mélange de phosphate soluble avec de l'oxyde de magnésium.

Plus précisément, les compositions de revêtement dentaires sous forme pulvérulente à faible formation de poussière suivant la présente invention possèdent de meilleures propriétés de faible formation de poussière et stabilité d'entreposage, en permettant à au moins un agent mouillant choisi dans le groupe constitué par des hydrocarbures liquides hydrophobes, des esters d'acide gras liquides hydrophobes et des acides gras liquides hydrophobes, présentant tous une pression de vapeur de 3,15 mm Hg ou moins à 20°C, et au moins un agent tensio-actif anionique choisi dans le groupe constitué par des sulfates d'alkyle et des sulfonates d'alkyl benzène de coexister avec une composition de revêtement dentaire sous forme pulvérulente comprenant des composants connus, un liant constitué par du gypse hémihydrate ou un mélange de phosphate soluble avec de l'oxyde de magnésium et une matière réfractaire constituée par du quartz et/ou de la christobalite.

L'invention sera expliquée plus en détail ci-après en se référant à ses formes de réalisation préférées mais non limitatives.

5 Du gypse hémihydrate ou un mélange de phosphate soluble avec de l'oxyde de magnésium agit en tant que liant et offre un composant principal de la composition de revêtement dentaire sous forme pulvérulente à faible formation de poussière.

10 Si le métal pour la reconstitution dentaire est de l'or, du palladium, de l'argent ou des alliages analogues, on utilise alors une matière de revêtement à base de gypse dans laquelle du gypse hémihydrate est utilisé comme liant et du quartz et/ou de la christobalite sont utilisés en tant que matière réfractaire. Habituellement, cette matière est mélangée avec de l'eau. Dans le cas d'un alliage possédant un point  
15 de fusion relativement élevé tel que des alliages Ni-Cr ou Co-Cr, des alliages pour de la porcelaine liée à du métal et analogue, d'un autre côté, on utilise une matière de revêtement à base de phosphate à haute résistance à la chaleur, dans laquelle un mélange de phosphate soluble avec de l'oxyde de magnésium  
20 est utilisé en tant que liant et du quartz et/ou de la christobalite sont utilisés comme matière réfractaire. Habituellement, une matière de revêtement à base de phosphate est mélangée avec une silice colloïdale.

25 Au moins un agent mouillant choisi dans le groupe constitué par des hydrocarbures liquides hydrophobes, des esters d'acide gras liquides hydrophobes et des acides gras liquides hydrophobes, présentant tous une pression de vapeur de 3,15 mm Hg ou moins à 20°C, procure des propriétés de faible formation de poussière aux compositions de revêtement  
30 pulvérulentes dentaires et sert à maintenir leur capacité d'entreposage. Toutefois, étant donné que le ou les agents mouillants ont une nature légèrement huileuse à cause d'une nature hydrophobe et provoquent une réduction de l'efficacité de la manipu-

lation de malaxage, ils doivent coexister avec un agent tensio-actif anionique.

5 En se référant à des exemples concrets des substances utilisées pour mouiller des particules de poudre, ces substances sont un ou plusieurs agents mouillants choisis dans le groupe constitué par des hydrocarbures liquides hydrophobes, des esters d'acide gras liquides hydrophobes et des acides gras liquides hydrophobes, offrant tous une pression de vapeur de 3,15 mm Hg ou moins à 20°C.

10 Les hydrocarbures liquides hydrophobes à utiliser comprennent les pristane, squalane, paraffine liquide, oligomère d'alpha-oléfine, nonane, décane, undécane, dodécane, tridécane, etc.

15 Les esters d'acide gras liquides hydrophobes à utiliser comprennent les myristate d'isopropyle, linoléate d'isopropyle, palmitate d'isopropyle, laurate d'hexyle, isostéarate d'isopropyle, isostéarate de butyle, linoléate d'éthyle, olivo-oléate d'éthyle, iso-octanoate de cétyle, myristate d'hexyl-décyle, stéarate d'hexyldécyle, palmitate d'isostéaryle, isostéarate d'hexyldécyle, néodécanoate d'octyldodécyle, sébacate de diéthyle, sébacate de diisopropyle, adipate de diisopropyle, etc.

20 Les acides gras liquides hydrophobes à utiliser comprennent les acide isostéarique, acide oléique, acide linoléique, acide linoléique, acide linoléique, acide 2-éthylpentanoïque, acide 2-éthylhexanoïque, etc.

30 L'agent tensio-actif anionique est un constituant qui est efficace pour éliminer une trace de nature huileuse du ou des agents mouillants précités et améliorer ainsi l'efficacité de la manipulation de malaxage, et il doit coexister avec le ou les agents mouillants.

Un ou plusieurs agents tensio-actifs anioniques devraient être choisis dans le groupe constitué par les sulfates

d'alkyle et sulfonates d'alkylbenzène. Des agents tensio-actifs non-ioniques devraient être ajoutés en plus grandes quantités afin d'éliminer une trace de nature huileuse des hydrocarbures liquides hydrophobes, esters d'acide gras liquides hydrophobes et acides gras liquides hydrophobes. Ils tendent aussi à réduire la résistance à la compression des matières de revêtement et entraînent un danger qu'un moule puisse se briser en fonction de la pression de coulée des métaux au moment de la coulée, et ils ne sont par conséquent pas préférés. Comparés aux agents tensio-actifs non-ioniques, les sulfates d'alkyle et/ou sulfonates d'alkylbenzène peuvent éliminer une trace de nature huileuse avec de plus petites quantités et n'entraînent aucune réduction de la résistance à la compression. Ceci les rend donc particulièrement préférables.

Les sulfates d'alkyle utilisés en tant qu'agents tensio-actifs anioniques comprennent les sulfate de sodium lauryle, sulfate de potassium lauryle, sulfate de sodium myristyle, sulfate de sodium cétylè, sulfate de sodium stéaryle, etc. Comme sulfonates d'alkylbenzène, on utilise du sulfonate de sodium dodécylbenzène, etc.

Comme indiqué ci-avant, le ou les agents mouillants et le ou les agents tensio-actifs anioniques servent à empêcher les poudres de revêtement ou garnissage de former de la poussière et à améliorer leur stabilité d'entreposage. En ce qui concerne les matières de revêtement dentaires, il est préférable qu'un ou plusieurs agents mouillants choisis dans le groupe constitué par des hydrocarbures liquides hydrophobes, des esters d'acide gras liquides hydrophobes et des acides gras liquides hydrophobes, offrant tous une pression de vapeur de 3,15 mm Hg ou moins à 20°C, soient ajoutés en une quantité atteignant de 0,5 à 5,0% en poids, tandis qu'un ou plusieurs agents tensio-actifs anioniques choisis dans le groupe constitué par des sulfonates d'alkylbenzène et sulfates d'alkyle sont

ajoutés en une quantité atteignant de 0,01 à 0,5% en poids, bien que variant en fonction des quantités de liant et de matières réfractaires mises en oeuvre. Si l'agent mouillant est utilisé en une quantité inférieure à 0,5% en poids, il n'a alors aucun effet sur l'empêchement de formation de poussière par les poudres de revêtement. Toutefois, si l'agent mouillant est utilisé en une quantité supérieure à 5,0% en poids, la réaction de prise de la composition de revêtement est empêchée, avec pour résultat une réduction de sa résistance à la compression. Si l'agent tensio-actif anionique est utilisé en une quantité inférieure à 0,01% en poids, il est alors impossible d'éliminer une trace de nature huileuse de l'agent mouillant. D'un autre côté, lorsque l'agent tensio-actif anionique est utilisé en une quantité supérieure à 0,5% en poids, on observe des chutes appréciables des propriétés de dégazage, de la stabilité d'entreposage et de la résistance à la compression après malaxage, ce qui a pour résultat une réduction considérable des caractéristiques du revêtement dentaire.

Parmi les liquides convenablement utilisés comme agent(s) mouillant(s) pour la mise en oeuvre de la présente invention, le nonane présente la pression de vapeur la plus élevée de 3,15 mm Hg à 20°C. L'utilisation d'un liquide possédant une pression de vapeur plus élevée n'est pas à préférer, étant donné que sa teneur diminue progressivement à cause d'une évaporation pendant l'entreposage jusqu'à un degré tel que les propriétés de faible formation de poussière disparaissent. Ceci est la raison pour laquelle la pression de vapeur est limitée à 3,15 mm Hg ou moins suivant la présente invention.

Les compositions de revêtement dentaires sous la forme pulvérulente à faible formation de poussière suivant la présente invention peuvent être utilisées confortablement sans danger de pollution de l'environnement, car elles sont pratiquement exemptes de formation de poussière quand elles

sont transportées vers un récipient d'entreposage, pesées ou malaxées. En outre, les compositions suivant la présente invention possèdent une stabilité d'entreposage énormément améliorée et présentent des propriétés de manipulation et physiques stables même après entreposage et, par conséquent, offrent des matières de revêtement qui peuvent être utilisées de manière stable et, à cette fin, doivent avoir une précision de dimension élevée.

Il doit être entendu que les compositions de revêtement dentaires sous la forme pulvérulente à faible formation de poussière suivant la présente invention peuvent contenir des additifs utilisés habituellement, tels que des agents de commande de prise qui agissent comme accélérateurs de prise, tels que des sels d'acides inorganiques ( $\text{NaCl}$ ,  $\text{K}_2\text{SO}_4$ , etc.) et des alkalis et du gypse dihydrate finement divisé, des retardateurs de prise tels que du borax, du carboxylate de sodium, des colloïdes, des agents colorants, des matières d'éclaircissement, etc.

La présente invention sera à présent encore expliquée plus concrètement en se référant à des exemples. Il doit toutefois être entendu que de tels exemples ne sont donnés qu'à titre d'illustration et n'imposent aucune limite quant aux agents mouillants et agents tensio-actifs anioniques utilisés pour la mise en oeuvre de la présente invention.

#### Exemples

Dans les exemples et exemples de comparaison respectifs, des mélanges de phosphates solubles avec de l'oxyde de magnésium ou du gypse hémihydrate ont été utilisés comme liants et du quartz et/ou de la christobalite ont été utilisés comme matières réfractaires. Les matières premières ont été placées dans un mélangeur pour un mélange pendant 20 minutes. Le mélange a été encore poursuivi avec l'addition goutte à goutte, dans le mélangeur, des quantités prescrites d'un ou plusieurs agents mouillants choisis dans le groupe constitué par les hydrocarbures liquides hydrophobes, esters d'acide gras liquides

hydrophobes et acides gras liquides hydrophobes possédant une pression de vapeur de 3,15 mm Hg ou moins à 20°C et un ou plusieurs agents tensio-actifs anioniques. Le mélange a après cela été poursuivi pendant 20 minutes encore, suivi par un tamisage avec un tamis de 100 mailles. On a utilisé les poudres qui traversaient ce tamis.

Les rapports d'eau de malaxage et de liquide pour la préparation d'échantillons de revêtement ou garnissage à base de gypse ont été déterminés suivant les procédures d'essai des Normes Industrielles Japonaises - JIS - T 6601 "Dental Casting Investment". Cent (100) grammes d'un échantillon ont été malaxés à l'intérieur d'un local à 20 à 25°C avec diverses quantités d'eau et une vitesse de malaxage de 100 tours/minute pendant 30 secondés, en utilisant un bol de malaxage et une spatule. Le coulis de revêtement malaxé a été chargé dans un moule cylindrique en métal de 28 mm de diamètre interne et 50 mm de hauteur, placé sur une plaque de verre. Deux (2) minutes après le début du malaxage, le moule a été lentement écarté de la plaque de verre, en laissant sur place le coulis de revêtement. Après qu'une minute de plus se soit écoulée, on a mesuré les diamètres maximum et minimum de la partie du coulis de revêtement venant en contact avec la plaque de verre. La consistance normalisée a alors été définie en fonction d'une valeur moyenne entre 55 et 60 mm. La quantité d'eau à ajouter a été déterminée sur la base d'une quantité d'eau offrant cette consistance normalisée.

Le temps de prise a été déterminé suivant l'essai de temps de prise de JIS T 6601. Un échantillon a été placé dans un moule cylindrique en métal de 30 mm de diamètre interne et 30 mm de hauteur. Le temps de prise a alors été exprimé en fonction d'une période depuis le moment du début du malaxage jusqu'au moment où une aiguille Vicat chargée à 300 gf (avec une superficie de 1 mm<sup>2</sup>) pénètre à peine dans l'échantillon

sur une profondeur de 1 mm.

La résistance à la compression a aussi été mesurée suivant l'essai de résistance à la compression de JIS T 6601. Un échantillon malaxé à la consistance normalisée a été placé dans un moule cylindrique en métal de 30 mm de diamètre interne et 60 mm de hauteur, et a été amené à faire prise dans une mesure telle qu'il pouvait résister à une manipulation. Ensuite, l'échantillon a été retiré du moule et a été laissé reposer à la température ambiante. Vingt-quatre (24) heures après le début du malaxage, la résistance à la compression a été déterminée par l'écrasement sous un taux de mise en charge de 1 mm par minute.

La capacité d'entreposage a été déterminée suivant l'essai de vieillissement accéléré, suivant lequel un sac en polyéthylène enfermant un échantillon de poudre de revêtement a été entreposé pendant 60 jours dans une enceinte à température et humidité constantes, maintenue intérieurement à une température de 37°C et une humidité de 100%. Après un vieillissement accéléré, une mesure a été effectuée du temps de prise et de la consistance d'un échantillon de revêtement malaxé avec le rapport de mélange d'eau normalisé. La capacité d'entreposage a alors été exprimée en fonction d'un temps de retard en minutes et une consistance accrue en mm, obtenus en soustrayant le temps de prise et la consistance prédéterminés avant le vieillissement accéléré par les mêmes procédures, des mesures précitées.

Les propriétés de faible formation de poussière ont été estimées sur la base de la concentration en poids de poussière. Deux cent (200) grammes d'un échantillon ont été chargés dans une boîte cylindrique en métal ( $\varnothing$  150 x 160 mm), qui a à son tour été secouée verticalement cinq fois à une vitesse d'un va-et-vient par seconde, immédiatement suivi par la pose d'un couvercle. Immédiatement après, la mesure de la poussière dégagée à l'intérieur de la boîte a été amorcée avec un appareil

mesureur de poussière de type numérique P-3 (fabriqué par Shibata Kagaku, Co., Ltd.) et a été poursuivie pendant 3 minutes pour déterminer la concentration en poids de poussière. Les résultats sont donnés dans le tableau ci-après.

- 5                    Dans le tableau, les colonnes de résultats ont la signification suivante:
- A: Quantité d'eau normalisée
  - B: Temps de prise avant vieillissement accéléré
  - C: Temps de prise après vieillissement accéléré
  - 10 D: Consistance avant vieillissement accéléré
  - E: Consistance après vieillissement accéléré
  - F: Stabilité d'entreposage
  - G: Temps de retard
  - H: Accroissement de consistance
  - 15 I: Résistance à la compression (kgf/cm<sup>2</sup>)
  - J: Concentration en poids de poussière (mg/m<sup>3</sup>)

N°	Composition		A (ml)*	B	C	D (mm)	E (mm)	F		I	J
	Constituants	Poids (g)						G	H (mm)		
1 Ex.	Gypse hémihydrate	30	33	12' 00"	13' 45"	58,6	59,5	1' 45"	0,9	62	1,27
	Christobalite	67,25									
	Pristane	2,5									
	Sulfate de sodium lauryle	0,25									
2 Ex.	Gypse hémihydrate	30	33	12' 15"	58,5	59,8	59,8	1' 00"	1,3	60	1,25
	Christobalite	67,25									
	Palmitate d'isopropyle	2,5									
	Sulfate sodium myristile	0,25									
3 Ex.	Gypse hémihydrate	30	33	12' 00"	58,3	60,0	60,0	1' 45"	1,7	64	1,28
	Christobalite	69,48									
	Paraffine liquide	0,5									
	Sulfonate sod. dodécylbenzène	0,02									
4 Ex.	Gypse hémihydrate	30	33	12' 15"	59,0	60,5	60,5	1' 45"	1,5	58	1,29
	Quartz	67,25									
	Squalane	2,5									
	Sulfate de sodium stéaryle	0,25									
5 Ex.	Gypse hémihydrate	30	33	12' 00"	58,2	60,3	60,3	1' 45"	2,1	57	1,28
	Quartz	67,25									
	Palmitate d'isopropyle	2,5									
	Sulfate de sodium cétyle	0,25									
6 Ex.	Gypse hémihydrate	30	33	12' 15"	59,2	61,1	61,1	1' 30"	1,9	55	1,21
	Quartz	67,25									
	Paraffine liquide	2,5									
	Sulfate de sodium lauryle	0,25									
7 Ex.	Gypse hémihydrate	30	33	12' 00"	58,6	60,4	60,4	1' 45"	1,8	63	1,20
	Christobalite	64,72									
	Pristane	4,8									
	Sulfate de sodium lauryle	0,48									

N°	Composition Constituents	A (ml)*	B	C	D (mm)	E (mm)	F		I	J
							G	H (mm)		
8 Ex.	Gypse hémihydrate	30	12' 15"	13' 45"	58.0	59.8	1' 30"	1.8	54	1.24
	Quartz	64.72								
	Palmitate d'isopropyle	4.8								
	Sulfate sodium cétyle	0.48								
9 Ex.	Christobalite	69.25	20' 00"	21' 45"	50.0	52.0	1' 45"	2.0	108	1.28
	Quartz	11								
	Oxyde de magnésium	8								
	Phosphate ammonium primaire	9								
	Palmitate d'isopropyle	1.25								
	Squalane	1.25								
	Sulfonate sod. dodécylbenzène	0.12								
Sulfate sodium stéaryle	0.13									
10 Ex.	Gypse hémihydrate	30	12' 00"	14' 00"	59.5	61.9	2' 00"	2.4	58	1.23
	Christobalite	30								
	Quartz	37.25								
	Pristane	2.5								
	Sulfate sodium lauryle	0.25								
11 Ex. comp.	Gypse hémihydrate	30	12' 15"	20' 45"	59.0	69.8	8' 30"	10.8	55	7.34
	Christobalite	70								
12 Ex. comp.	Gypse hémihydrate	30	12' 30"	21' 45"	58.5	70.3	9' 15"	11.8	52	7.38
	Quartz	70								
	Christobalite	72								
13 Ex. comp.	Quartz	11	20' 15"	30' 00"	50.0	67.5	9' 45"	17.5	100	7.19
	Oxyde de magnésium	8								
	Phosphate ammonium prim.	9								
	Gypse hémihydrate	30.								
14 Ex. comp.	Christobalite	30	12' 30"	22' 00"	58.4	70.7	9' 30"	12.3	50	7.25
	Quartz	40								
	Gypse hémihydrate	30								

\*: La quantité d'eau normalisée est exprimée en ml par 100 g de poudre.

Effet de l'invention

Dans les compositions des exemples comparatifs 11, 12, 13 et 14, dans lesquels on n'a pas utilisé un ou plusieurs agents mouillants choisis dans le groupe constitué par les hydrocarbures liquides hydrophobes, esters d'acide gras liquides hydrophobes et acides gras liquides hydrophobes, offrant tous une pression de vapeur de 3,15 mm Hg ou moins à 20°C, et un ou plusieurs agents tensio-actifs anioniques choisis dans le groupe constitué par les sulfonates d'alkylbenzène et sulfates d'alkyle, la concentration en poids de poussière dépassait toujours 7,19 mg/m<sup>3</sup>. Ceci implique qu'avec de telles compositions de revêtement ou garnissage, il existe une possibilité qu'une pollution de l'environnement ait lieu à cause de la production de poussière, lorsqu'elles sont versées d'un récipient dans un autre, ou pesées. Dans les compositions des exemples 1 à 10 inclusivement, dans lesquelles les agents mouillants et tensio-actifs anioniques ont été ajoutés dans les proportions spécifiques, la concentration en poids de poussière a diminué dans tous les cas jusqu'à 1,29 mg/m<sup>3</sup>. Ceci indique qu'avec de telles compositions de revêtement, il est très peu vraisemblable qu'une pollution de l'environnement puisse être provoquée, lorsqu'elles sont versées d'un récipient dans un autre, malaxées ou pesées.

En se référant en outre à la stabilité d'entreposage (exprimée en fonction d'une différence entre le temps de prise avant vieillissement accéléré et le temps de prise de l'échantillon après vieillissement accéléré, et une différence entre la consistance avant vieillissement accéléré et la consistance de l'échantillon après vieillissement accéléré), les exemples comparatifs 11, 12, 13 et 14, dans lesquels les agents mouillants et tensio-actifs anioniques précités n'ont absolument pas été ajoutés, présentaient des retards de temps de prise de 8 minutes 30 secondes, 9 minutes 15 secondes, 9 minutes 45 secondes et 9 minutes 30 secondes, respectivement, tandis que

les exemples 1 à 10 inclusivement, dans lesquels les agents mouillants et tensio-actifs ont été ajoutés dans les proportions spécifiques, présentaient chacun un retard de temps de prise dans les 2 minutes. En ce qui concerne la consistance, les compositions des exemples comparatifs 11 à 14 inclusivement, dans lesquels les agents mouillants et tensio-actifs anioniques n'ont absolument pas été ajoutés, voyaient tous leur consistance augmenter à 10,8 mm, 11,8 mm, 17,5 mm et 12,3 mm, respectivement, tandis que les compositions des exemples 1 à 10, dans lesquels les agents mouillants et tensio-actifs anioniques ont été ajoutés dans les proportions spécifiques, offraient chacune une augmentation dans la limite de 2,4 mm; ceci signifie que leur stabilité d'entreposage était extrêmement améliorée. Par conséquent, un opérateur pourrait obtenir des revêtements ou garnissages dentaires possédant des propriétés de faible production de poussière et des propriétés physiques stables après entreposage.

La composition de revêtement de l'exemple comparatif 11, dans lequel du gypse hémihydrate était utilisé comme constituant principal, de la christobalite était utilisée comme réfractaire et les agents mouillants et tensio-actifs anioniques n'étaient en aucune façon ajoutés, présentait une résistance à la compression de 55 kgf/cm<sup>2</sup>, tandis que la composition de l'exemple 1, 2, 3 ou 7, dans lequel les mêmes constituants principaux étaient utilisés, et les agents mouillants et tensio-actifs étaient ajoutés dans les proportions spécifiques, présentait une résistance à la compression de 62 kgf/cm<sup>2</sup>, 60 kgf/cm<sup>2</sup>, 64 kgf/cm<sup>2</sup> ou 63 kgf/cm<sup>2</sup>, respectivement. La composition de revêtement de l'exemple comparatif 12, dans lequel le gypse hémihydrate était utilisé comme constituant principal, du quartz était utilisé comme réfractaire, et les agents mouillants et tensio-actifs anioniques n'ont en aucune façon été ajoutés, présentait une résistance à la compression de 52 kgf/cm<sup>2</sup>, tandis que la composition de l'exemple 4, 5, 6 ou 8, dans lequel les mêmes

constituants principaux ont été utilisés, et les agents mouillants et tensio-actifs anioniques ont été ajoutés dans les proportions spécifiques, présentait une résistance à la compression de 58 kgf/cm<sup>2</sup>, 57 kgf/cm<sup>2</sup>, 55 kgf/cm<sup>2</sup> et 54 kgf/cm<sup>2</sup>, respectivement.

5 La composition de revêtement de l'exemple comparatif 14, dans lequel du gypse hémihydrate a été utilisé comme constituant principal, de la christobalite et du quartz ont été utilisés comme réfractaires, et les agents mouillants et tensio-actifs anioniques n'ont en aucune façon été ajoutés, présentait une

10 résistance à la compression de 50 kgf/cm<sup>2</sup>, tandis que la composition de revêtement de l'exemple 10, dans lequel les mêmes constituants principaux ont été utilisés, et les agents mouillants et tensio-actifs anioniques ont été ajoutés dans les proportions spécifiques, présentait une résistance à la compression de 58

15 kgf/cm<sup>2</sup>. En se référant à la composition de revêtement de l'exemple comparatif 13 qui a été utilisé pour un alliage à point de fusion élevé, qui comprenait de la christobalite, du quartz, de l'oxyde de magnésium et du phosphate d'ammonium primaire, et a été malaxée avec une silice colloïdale, et dans laquelle

20 les agents mouillants et tensio-actifs anioniques n'ont en aucune façon été ajoutés, sa résistance à la compression était de 100 kgf/cm<sup>2</sup>. Toutefois, la composition de revêtement de l'exemple 9, dans lequel les mêmes constituants principaux ont été utilisés, et les agents mouillants et tensio-actifs anioniques ont été ajoutés

25 dans les proportions spécifiques, présentait une résistance à la compression de 108 kgf/cm<sup>2</sup>. Il a ainsi été découvert que malgré l'utilisation des mêmes constituants principaux, les compositions de revêtement suivant la présente invention présentaient toutes une résistance à la compression améliorée par comparaison avec celles des exemples comparatifs dans lesquels les

30 agents mouillants et tensio-actifs anioniques n'ont en aucune façon été ajoutés.

Comme expliqué en détail ci-avant, les revêtements

pulvérulents dentaires des exemples comparatifs, dans lesquels aucun agent mouillant et tensio-actif anionique n'est utilisé, entraînent un risque de pollution de l'environnement dû à la production de poussière et une réduction de la stabilité d'entre-  
5 posage due à un retard dans le temps de prise et une augmentation de consistance après vieillissement accéléré. Il est toutefois découvert que les compositions de revêtement dentaires de l'in-  
10 vention sous forme pulvérulente à faible production de poussière n'offrent que peu d'indices de formation de poussière, sont excellentes en stabilité d'entreposage et ne présentent aucun  
15 signe de réduction de la résistance à la compression. Ceci indique que les compositions de l'invention possèdent des propriétés de revêtement ou garnissage dentaire largement améliorées.

Il doit être entendu que l'invention n'est en  
15 aucune façon limitée aux formes de réalisation particulières ci-avant et que bien des modifications peuvent y être apportées sans sortir du cadre du présent brevet.

Revendications

1. Composition de revêtement dentaire sous forme pulvérulente à faible formation de poussière, caractérisée en ce qu'elle contient:

- 5 a) un mélange d'un phosphate soluble avec de l'oxyde de magnésium ou du gypse hémihydrate en tant que liant,  
b) du quartz et/ou de la christobalite comme matière réfractaire,  
c) un ou plusieurs agents mouillants choisis dans le groupe constitué par les hydrocarbures liquides hydrophobes, esters  
10 d'acide gras liquides hydrophobes et acides gras liquides hydrophobes, offrant une pression de vapeur de 3,15 mm Hg ou moins à 20°C, et  
d) un ou plusieurs agents tensio-actifs anioniques choisis dans le groupe constitué par les sulfonates d'alkylbenzène et sulfates  
15 d'alkyle.

2. Composition de revêtement dentaire sous forme pulvérulente à faible formation de poussière suivant la revendication 1, caractérisée en ce que la quantité du ou des agents mouillants précités se situe dans une plage de 0,5 à 5,0% en poids, et la quantité du ou des agents tensio-actifs anioniques  
20 précités se situe dans une plage de 0,01 à 5,0% en poids.



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

BE 8700247  
BO 185

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.4)
A	FR-A-2 567 023 (G-C DENTAL INDUSTRIAL CORP.) * Revendications *		A 61 K 6/02 C 04 B 28/14 C 04 B 28/34
A	R.W. PHILLIPS: "Skinner's science of dental materials", 8ième édition, 1982, pages 61-79, 406-411, W.B. Saunders Co., Philadelphia, US * Pages 71, 406-411: "Phosphate-bonded investments" *		
A	EP-A-0 170 020 (BAYER) * Revendication 1 *		
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.4)
			A 61 K C 04 B
		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
		15-11-1988	COUSINS-VAN STEEN G. I. L.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		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	
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			

EPO FORM 1503 03.82 (P0448)

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

BE 8700247  
BO 185

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 23/11/88  
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
FR-A- 2567023	10-01-86	BE-A- 902740	16-10-85
		GB-A, B 2161155	08-01-86
		DE-A, C 3523974	16-01-86
		JP-A- 61020547	29-01-86
		US-A- 4604142	05-08-86
		CH-B- 664080	15-02-88
EP-A- 0170020	05-02-86	DE-A- 3424146	09-01-86
		JP-A- 61018707	27-01-86
		AU-A- 4422585	02-01-86
		US-A- 4670053	02-06-87