



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

⑤① Int. Cl.³: A 61 K

6/02

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein

Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

⑫ **PATENT SCHRIFT** A5

⑪

644 751

⑮① Gesuchsnummer:	5911/78	⑦③ Inhaber:	Bayer Aktiengesellschaft, Leverkusen (DE)
⑮② Anmeldungsdatum:	30.05.1978		
⑮③ Priorität(en):	25.06.1977 DE 2728764	⑦② Erfinder:	Robert Schmitz-Josten, Köln 80 (DE) Manfred Borgardt, Wuppertal 1 (DE) Hans-Hermann Schulz, Leichlingen (DE) Michael Walkowiak, Köln 80 (DE) Bernhard Leusner, Leverkusen (DE) Carlhans Süling, Odenthal (DE)
⑮④ Patent erteilt:	31.08.1984		
⑮⑤ Patentschrift veröffentlicht:	31.08.1984	⑦④ Vertreter:	E. Blum & Co., Zürich

⑤④ **Formuliertes Zahnfüllmaterial.**

⑤⑦ Das formulierte Zahnfüllmaterial liegt in der Darbietungsform eines Paste/Paste-Systems vor, das polymerisierbare organische Verbindung, Aminaktivator und Peroxid-Katalysator sowie in beiden Pasten jeweils anorganischen Füllstoff enthält. Für eine verbesserte Haltbarkeit und variable Röntgenopazität enthält

- a) Paste A Füllstoff aus der Klasse der anorganischen Füllstoffe auf Basis von Elementen mit einer Ordnungszahl von 26 bis 83, polymerisierbare organische Verbindung und Aminaktivator und
- b) Paste B anorganischen Füllstoff, welcher frei ist von Elementen, die den Abbau von Peroxiden katalysieren, polymerisierbare organische Verbindung und Peroxid-Katalysator.

PATENTANSPRÜCHE

1. Formuliertes Zahnfüllmaterial in der Darbietungsform eines Paste/Paste-Systems, welches polymerisierbare organische Verbindung, Aminaktivator und Peroxid-Katalysator sowie in beiden Pasten jeweils anorganischen Füllstoff enthält, dadurch gekennzeichnet, dass zwecks verbesserter Haltbarkeit und variabler Röntgenopazität

a) Paste A Füllstoff aus der Klasse der anorganischen Füllstoffe auf Basis von Elementen mit einer Ordnungszahl von 26 bis 83, polymerisierbare organische Verbindung und Aminaktivator und

b) Paste B anorganischen Füllstoff, welcher frei ist von Elementen, die den Abbau von Peroxiden katalysieren, polymerisierbare organische Verbindung und Peroxid-Katalysator enthält.

2. Formuliertes Zahnfüllmaterial gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass es ein Gemisch aus polymerisierbarem Derivat des Bisphenols A und Dimethacrylat eines Glykols enthält.

3. Formuliertes Zahnfüllmaterial gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Pasten 55 bis 85%, vorzugsweise 60 bis 80%, Füllstoff enthalten.

Gegenstand der Erfindung ist ein formuliertes Zahnfüllmaterial in der Darbietungsform eines Paste/Paste-Systems, welches polymerisierbare organische Verbindung, Aminaktivator und Peroxid-Katalysator sowie in beiden Pasten jeweils anorganischen Füllstoff enthält.

Aus dem US-Patent 3 066 112 sind Zahnfüllmassen auf Basis von mit anorganischen Füllstoffen gefüllten organischen Kunststoffen bekannt. Derartige Füllstoffe enthalten organische Kunststoffe müssen im Gegensatz zu üblichen mit anorganischen Füllstoffen versehenen organischen Kunststoffen Verarbeitungskriterien, die in der zahnärztlichen Praxis durchführbar und üblich sind, genügen. Ausserdem müssen die mechanischen Eigenschaften der Produkte auch im Mundmilieu unverändert über Jahre erhalten bleiben, und es muss eine hohe Verträglichkeit sowohl mit der Mundschleimhaut als auch mit dem Zahngewebe gegeben sein.

Als anorganischer Füllstoff gemäss US-Patent 3 066 112 eignet sich zum Beispiel silanisiertes Quarzglas, dem zur Erzielung einer Röntgenopazität Flintglaspulver als Füllstoffkomponente zugesetzt werden kann. Als organischer «Binder» wird BIS-GMA, abgemischt mit einem relativen Verdünnung, verwendet.

Der Nachteil derartiger Zahnfüllmassen liegt darin, dass sie in der schwierig und umständlich zu handhabenden Darbietungsform eines Pulver-/Flüssigkeitssystems vorliegen. Bei dieser Darbietungsform ist das Mengenverhältnis von Füllstoff zu organischem Binder nicht zwangsläufig konstant; damit sind nicht nur die mechanischen Eigenschaften der Füllung jeweils unterschiedlich und selten optimal eingestellt, sondern auch der sich bei der Aushärtung der Füllung einstellende Schrumpfung ist nicht zwangsläufig auf das klinisch erforderliche niedrige Niveau eingestellt.

Es ist weiterhin bekannt, Zahnfüllmassen auf Basis von anorganisch gefüllten organischen Kunststoffen in der Darbietungsform von Paste-/Pastesystemen zu verwenden. So wird in der DE-AS 1 929 831 beschrieben, wie derartige Systeme, die klinisch brauchbare Füllungen liefern, aufgebaut sein können. Dabei ist es ein wesentliches Kennzeichen solcher Paste-/Pastesysteme, dass die «Katalysatorpaste» und

die «Aktivatorpaste» von der chemischen Zusammensetzung der Komponenten her die gleiche Zusammensetzung haben sollen, mit der Massgabe, dass nur mengenmässig geringe Anteile der Pasten, wie zum Beispiel verschiedene Farbstoffzusätze oder chemisch unterschiedliche Katalysator-/Aktivatorkomponenten, auf die Pasten verteilt sein sollen.

Dieses System bringt zwar einerseits den Vorteil, dass der Anmischprozess besonders leicht durchführbar ist, aber andererseits den Nachteil, dass eine abgestufte Röntgenopazität, wie sie in vielen Fällen für Zahnfüllmassen erwünscht und häufig auch erforderlich ist, nicht einstellbar ist, weil aufgrund des gleichen chemischen Aufbaues der Pasten unabhängig vom Mischungsverhältnis die gleiche Röntgenabsorption durch die Füllung geliefert wird. Eine Einstellung der Intensität der Röntgenopazität durch eine Variation im Mischungsverhältnis von Aktivator- und Katalysatorpaste ist nicht möglich.

Je nach Umfang und Volumen der Zahnfüllungen ist jedoch eine abgestufte Röntgenopazität wünschenswert. Liegt zum Beispiel ein umfangreicher Aufbau des Zahnes durch Zahnfüllmaterialien auf Basis von anorganisch gefüllten organischen Kunststoffen vor, dann ist eine relativ geringe Röntgenopazität erwünscht, um bei späteren prothetischen Arbeiten, zum Beispiel Anfertigungen einer Krone, den Umfang der Zahnhartsubstanz beziehungsweise des Composite-Aufbaues auf einer Röntgenaufnahme erkennen zu können. Volumenmässig geringere Füllungen, wie zum Beispiel Zahnhalsfüllungen, erfordern dagegen eine stärkere Röntgenopazität, um die Füllung identifizieren zu können.

Ein weiterer Nachteil von Paste-/Paste-Systemen, bei denen die Pasten von der chemischen Zusammensetzung der Komponenten und dem Mengenverhältnis der Komponenten her identisch sind, besteht darin, dass die Katalysatorpasten immer dann eine begrenzte und wechselnde Haltbarkeit haben, wenn diese Pasten einen Füllstoff enthalten, der eine relativ starke Absorption von Röntgenstrahlung aufgrund eines relativ hohen Gehaltes an Elementen mit hohen Ordnungszahlen bewirkt. Die Ionen von Elementen mit höheren Ordnungszahlen können aber bereits in geringen Mengen eine katalysierte Zersetzung von Peroxiden bewirken.

Das erfindungsgemäss formulierte Zahnfüllmaterial ist dadurch gekennzeichnet, dass es zwecks verbesserter Haltbarkeit und variabler Röntgenopazität

a) Paste A Füllstoff aus der Klasse der anorganischen Füllstoffe auf Basis von Elementen mit einer Ordnungszahl von 26 bis 83, polymerisierbare organische Verbindung und Aminaktivator und

b) Paste B anorganischen Füllstoff, welcher frei ist von Elementen, die den Abbau von Peroxiden katalysieren, polymerisierbare organische Verbindung und Peroxid-Katalysator enthält.

Das erfindungsgemässe Zahnfüllmaterial unterscheidet sich von bekannten Pasten dadurch, dass es zur Einstellung einer klinisch ausreichenden Röntgenopazität in den einzelnen Pasten unterschiedliche anorganische Füllstoffe enthält, die sich im chemischen Aufbau dadurch unterscheiden, dass mindestens ein Füllstoff in einer Paste einen hohen Anteil von Elementen mit hoher Ordnungszahl enthält.

Es war überraschend, dass sich die erfindungsgemässen Pasten, bei denen sich die verwendeten Füllstoffe der einzelnen Pasten in der chemischen Zusammensetzung wesentlich unterscheiden, ohne zusätzliche Massnahmen ebenso zu homogenen Füllungen verarbeiten lassen wie Pasten, die im wesentlichen aus chemisch gleichen Füllstoffen aufgebaut sind und bei denen eine gute Verträglichkeit allein zwar vom Substrat her gegeben ist, die aber nicht erlauben, durch den Mischungsprozess die klinisch gewünschte Röntgenopazität einzustellen.

Unter formulierten Zahnfüllmaterialien auf Basis von anorganisch gefüllten organischen Kunststoffen werden Kompositionen verstanden, die applikationsfertig sind, das heisst die alle zur Einstellung der erforderlichen klinisch relevanten Eigenschaften, alle zur Einstellung der gewünschten ästhetischen Merkmale und alle für die Applikation erforderlichen brauchbaren Kenngrössen enthalten.

Insbesondere werden darunter solche organische Kunststoffe verstanden, die durch eine Vinylpolymerisation und/oder gegebenenfalls durch eine Polyisocyanatpolyaddition aus niedermolekularen Bausteinen unter Aushärtung gebildet werden, und bei denen ein wesentlicher Anteil der ausgehärteten gesamten Masse aus anorganischen Füllstoffen besteht. Die härtbare, organisch-chemische Komponente der Pasten wird auch als «Binder» bezeichnet.

Klinisch relevante Eigenschaften sind einmal die notwendigen mechanischen Festigkeiten, weiterhin eine ausreichende Beständigkeit im Mundmilieu, eine ausreichende Röntgenopazität und eine gute Verträglichkeit mit dem Zahnge- webe und mit den umgebenden Schleimhäuten.

Unter gewünschten ästhetischen Merkmalen werden unter anderem die Eigenschaften verstanden, die es erlauben, eine möglichst gute Anpassung in Farbe und Oberflächenstruktur zu füllender Zähne vorzunehmen. Die Farbeinstellung wird dabei einmal durch einen Zusatz von Farbstoffen in geringen Mengen bewirkt; zum anderen erfolgt die Farbgebung aber auch dadurch, dass man mit mehr oder weniger transparenten Materialien arbeitet, die im Verbund nach der Aushärtung gewährleisten, dass infolge der partiellen Transparenz die Füllung farblich der ursprünglichen Zahnfarbe angeglichen erscheint.

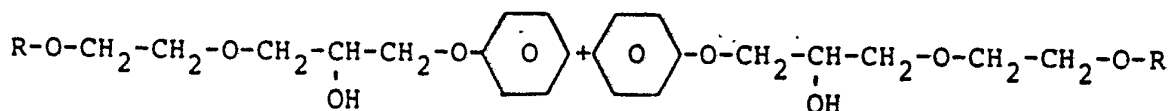
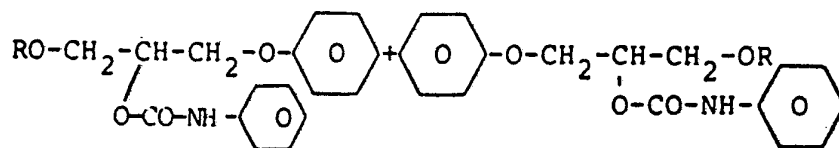
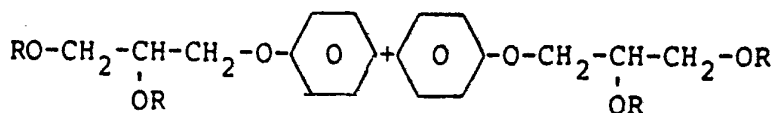
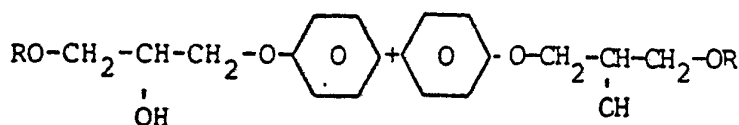
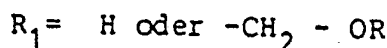
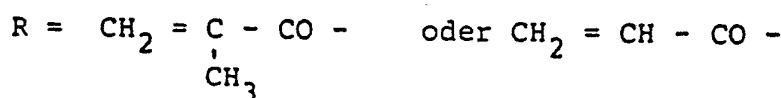
Unter den für eine Applikation erforderlichen brauchbaren Kenngrössen werden Kenngrössen wie Verarbeitungs-

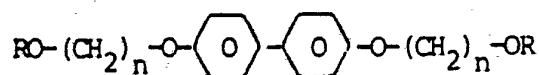
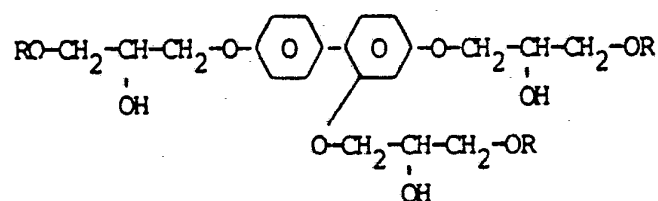
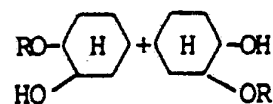
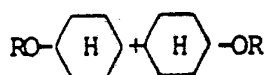
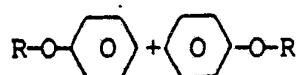
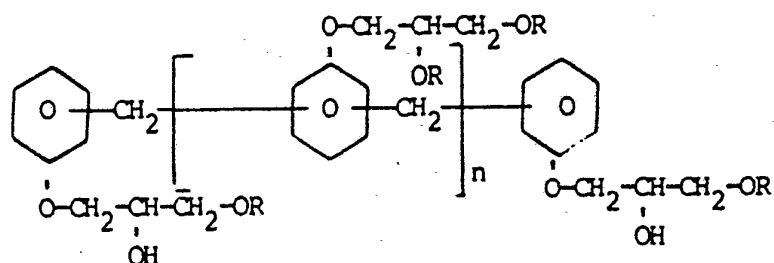
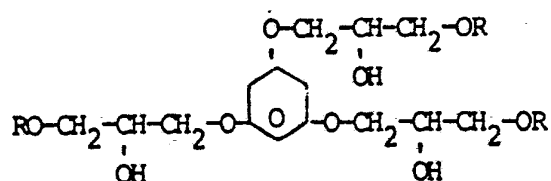
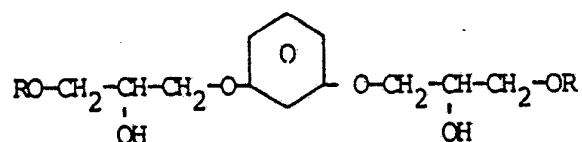
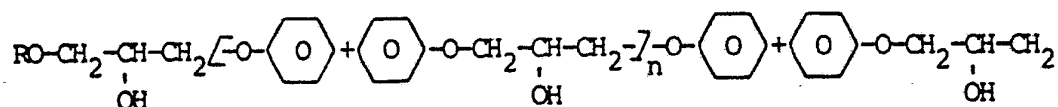
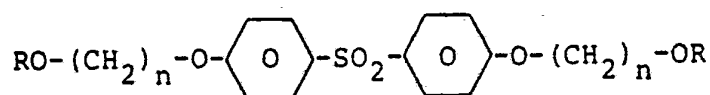
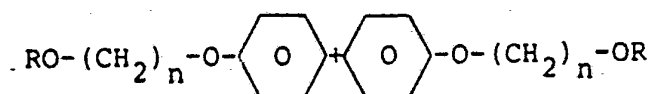
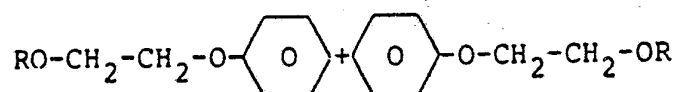
zeit, Aushärtungszeit, Anmischzeit und Konsistenz der Pasten und der Pastenmischungen verstanden.

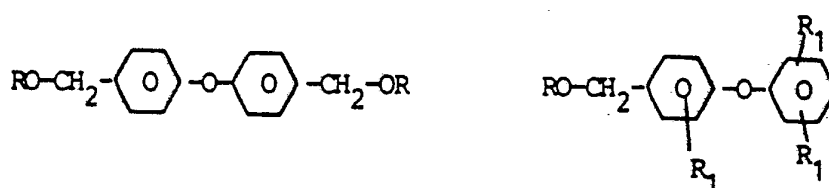
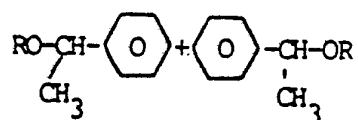
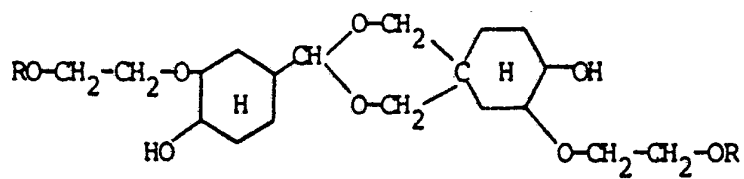
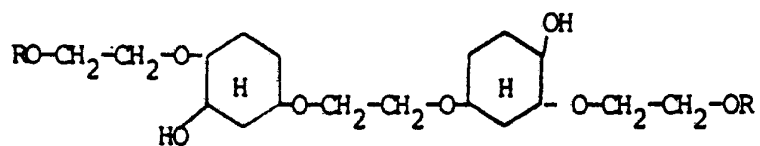
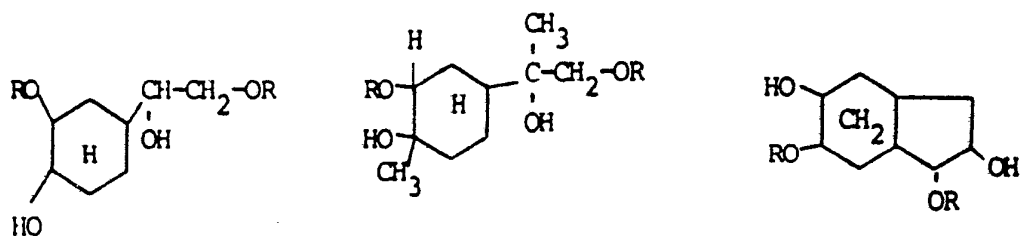
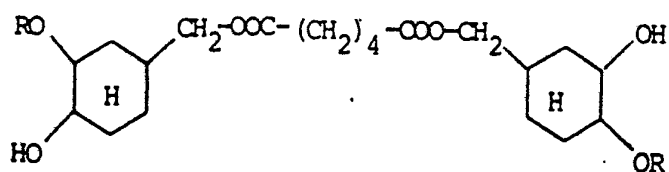
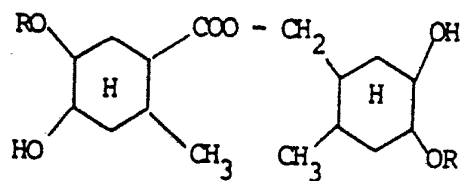
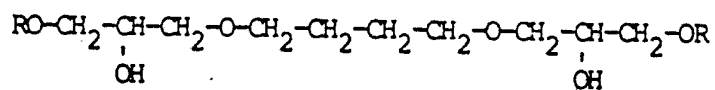
Für eine Aushärtung nach der Verfahrensweise einer Polyisocyanatpolyaddition eignen sich insbesondere die bekannten Isocyanate und die für die Polyisocyanatpolyaddition geeigneten Zeriwinoff-aktiven Verbindungen, wie primäre und sekundäre Amine, Hydrazinabkömmlinge und/oder Polyalkohole.

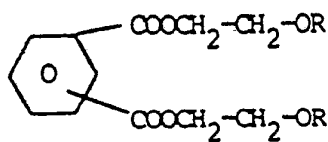
Monomere, die sich durch eine Vinylpolymerisation aushärten lassen, sind Verbindungen, die mindestens eine polymerisierbare Kohlenstoffdoppelbindung enthalten. Für den Aufbau von organischen Kunststoffen, die im erfindungsgemässen Material enthalten sind, eignen sich besonders solche Monomere, die bezüglich der Doppelbindungen polyfunktional sind, das heisst die zu hochvernetzten Polymerisaten oder Copolymerisaten führen.

Geeignete Monomere sind zum Beispiel Methacrylsäureester oder Acrylsäureester von aliphatischen oder aromatischen Polyolen, zum Beispiel Äthylenglykoldimethacrylat, Diäthylenglykol- oder Triäthylenglykoldimethacrylat oder die entsprechenden Acrylsäureester, ausserdem Verbindungen, wie Trimethylolpropantrimethacrylat, wie Triacrylformal, oder die Methacrylsäureester vom Bisphenol A oder dessen Derivate, wie zum Beispiel Bis-GMA, oder Bis-Methacrylsäureester des bis-2-Hydroxyäthyläthers des Bisphenol-A. Weiterhin sind beispielsweise Monomere, die aus dem US-Patent 3 179 623, dem US-Patent 3 730 947 oder aus der DE-OS 2 419 887 bekannt sind, insbesondere geeignet zum Aufbau der erfindungsgemässen Zahnfüllmassen. Beispiele geeigneter Comonomere sind in der nachstehenden Zusammenstellung formelmässig aufgeführt:





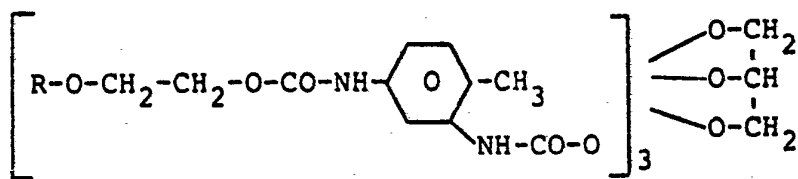
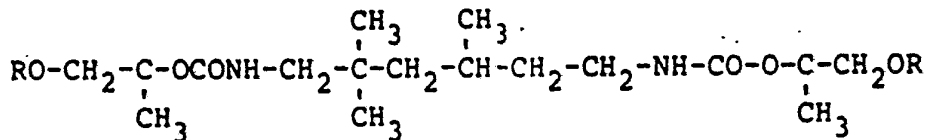
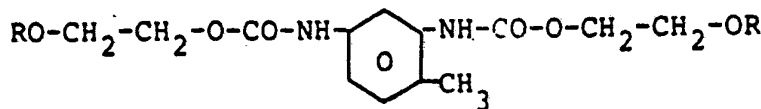




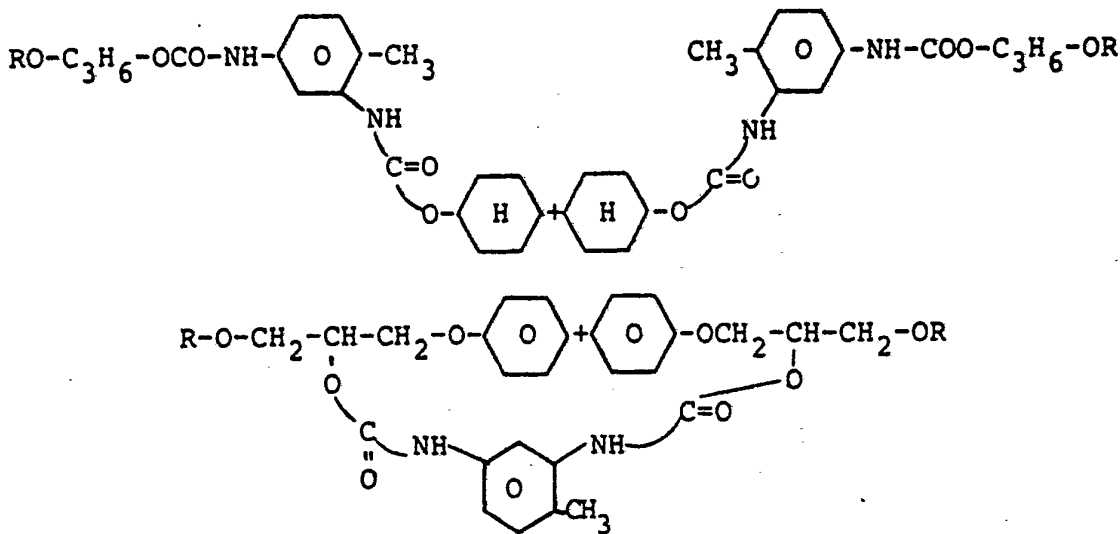
in der ortho-, meta- oder para-Form.

Verbindung der allgemeinen Formel:

$R-(O-D-O-X)_n-OD-OR$, wobei $HO-D-OH$ ein Polyol und $HO-X-OH$ eine Dicarbonsäure ist, und zwar jeweils gesättigt oder ungesättigt, cyclisch oder acyclisch.



(Durchschnitts-Molgewicht 2500)



NCO- und Urethangruppen enthaltende Prepolymere, umgesetzt mit Hydroxyalkyl-methacrylat gemäss DE-OS 2 419 887 oder FR-PS 2 271 807.

In vielen Fällen ist es besonders günstig, eine Mischung von verschiedenen Monomeren als organisch-chemischen Grundstoff für die Abmischung mit dem anorganischen Füllstoff zur Herstellung der Pasten zu verwenden. Durch Abmischen ist es zum Beispiel in vielen Fällen gegeben, dass auf der einen Seite der resultierende Kunststoff in der Brechzahl den anorganischen Füllstoffen angleichbar ist und damit eine ausreichende Transparenz der fertigen Füllungen sichergestellt wird, zum anderen lassen sich durch Mischungen verschiedener organischer Monomere relativ einfach Pasten mit gewünschter Viskosität und Konsistenz herstellen. Eine bevorzugte Ausführungsform der erfindungsgemässen Zahnfüllmaterialien enthält als Monomer ein Gemisch aus polymerisierbaren Derivaten des Bisphenol A und Dimethacrylat eines Glykols, wie zum Beispiel Äthylenglykol, Bu-

tandiol-1,4, Hexandiol-1,6, Diäthylenglykol oder Triäthylenglykol.

Als anorganische Füllstoffe für die erfindungsgemässen Zahnfüllmaterialien eignen sich bevorzugt einerseits Produkte wie Bergkristall, Quarzit, Cristobalit oder Al_2O_3 , die keine Elemente mit höheren Ordnungszahlen, wie zum Beispiel Cu, Fe, Pb, Bi, Sn, Zn, die einen Abbau von Peroxiden katalysieren können, enthalten, und die auch zum Beispiel die Elemente Ba oder La nur in Spuren unter 2,0% enthalten.

Andererseits eignen sich aber vor allem Füllstoffe in Form von Gläsern oder Glaskeramiken, die einen hohen Anteil von Röntgenstrahlen gut absorbierenden oder stark streuenden Elementen enthalten, als Füllstoff für die keinen peroxidischen Starter enthaltende Paste. Die Verwendung von zum Beispiel Ba enthaltenden Gläsern als Komponente von anorganischen Füllstoffen ist zum Beispiel im US-Patent 3 808 170 detailliert beschrieben mit der Massgabe, dass dieser Füllstoff in gleichen Anteilen sowohl in der peroxidi-

schen Katalysatorpaste als auch in der Aktivatorpaste enthalten ist. Weitere anorganische Füllstoffe, die sich als Röntgenstrahlen absorbierende Agentien eignen, sind zum Beispiel in der DE-OS 2 347 591 beschrieben. Die hier beschriebenen Glaskeramiken enthalten La und Zr als Elemente, durch die eine relativ intensive Absorption der Röntgenstrahlung bewirkt wird.

Weiterhin zeichnen sich diese Glaskeramiken durch einen besonders günstigen thermischen Ausdehnungsquotienten aus.

Die Füllstoffe können durch einen Mahlvorgang zu feinkörnigen Pulvern verarbeitet werden, die mittlere Korngrösse soll vorzugsweise zwischen 1 und 150 μ liegen. In einigen Fällen geben Zusätze von Glasperlen mit einer Korngrösse von 40 μ (zum Beispiel Reflexperlen RPG 22® der Jenaer Glaswerke Schott u. Gen.) den Pasten eine gute Verarbeitbarkeit. Bevorzugte Zusätze von hochdisperser Kieselsäure in Mengen um 2%, bezogen auf den gesamten Füllstoff, eignen sich in vielen Fällen, um eine Pastenkonsistenz über längere Zeit unverändert zu halten, indem ein Absitzen von größerem Füllstoff durch derartige hochdisperse Zusätze verzögert wird.

Die Herstellung der Pasten durch Abmischen der Binder und der Füllstoffe kann im Laboratorium auf Glas- oder Porzellanplatten oder in Glas- oder Porzellanbehältern durchgeführt werden. Für die Herstellung der Pasten im technischen Massstab können automatisch betriebene Mischaggregate verwendet werden, von denen einige beispielsweise genannt seien:

Farbausreibemaschine JEL 25/53 der Fa. Engelmann, Ludwigshafen;

Mörsermühle Typ RMO der Fa. Retsch KG, Haan;

Mikro-Schnellmühle der Fa. Retsch KG, Haan;

Kugelmühle der Fa. Staatliche Porzellan-Manufaktur Berlin;

Planeten-Kugelmühle «Pulverisette 5» der Fa. A. Fritsch, Idar-Oberstein;

Planetenmischer der Fa. Drais, Mannheim;

Planetenmischer der Fa. Spangenberg, Mannheim;

Knetter der Fa. Meili, Zürich;

Mischer der Fa. ödige, Paderborn;

Mischer der Fa. AMK, Aachen.

Zur Endhomogenisierung lassen sich auch vorteilhaft Walzenstühle, wie zum Beispiel das Dreiwalzwerk «Exakt 50» der Fa. O. Herrmann, Norderstedt, verwenden.

Die Mengenverhältnisse von Füllstoff zu Monomer in den Pasten werden einmal durch die gewünschte Konsistenz begrenzt; die Pasten müssen sich gut in Kavitäten einbringen lassen und das heisst, ein zu hoher Gehalt an anorganischen Füllstoffen schliesst sich aus. Zum anderen wird von der fertigen Füllung eine hohe Härte verlangt und ausserdem soll der durch die Aushärtung bewirkte Schrumpfung möglichst niedrig sein. Beide Anforderungen werden am besten erfüllt, wenn der Fülleranteil möglichst gross ist. Im allgemeinen werden Pasten verwendet, die zwischen 55 und 85%, vorzugsweise 60 bis 80%, Füllstoff enthalten.

Beispiel 1

Ein mit einem Aminkatalysator aktiviertes Gemisch aus Bisphenol-A-diglycidyl-dimethacrylat und Triäthylenglycoldimethacrylat wird mit 22,19 Gewichtsanteilen in einer Planeten-Kugelmühle «Pulverisette 5» (Fa. Alfred Fritsch) vorgelegt. Die Kugelmühle ist mit Achatbechern und Kugeln aus Achat bestückt. Dazu werden 9,59 Gewichtsteile feingemahlener α -Quarz (Bergkristall) gegeben, der mit 0,4% γ -Methacryloxypropyl-trimethoxysilan, bezogen auf den Quarz, silanisiert wurde. Ausserdem werden 66,74 Gewichtsanteile bariumhaltiges Glaspulver Schott 8235® (Fa. Jenaer Glaswerk Schott und Gen.) zugegeben, das ebenfalls mit 0,4% des gleichen Silans, bezogen auf das Glas, behandelt wurde. Zur Einstellung der Pastenkonsistenz werden 1,48 Gewichtsteile hochdisperse Kieselsäure HDK 15 P® (Fa. Wacker Chemie) zugefügt. Die Farbeinstellung der Composite-Paste erfolgt durch Zusatz von 10 ppm Irgazingelb 3 RLT, 16 ppm Helioechtgelb ER, 2,2 ppm Makrolexrot G und 0,3 ppm Makrolexrot 5 B. In einer Mischzeit von 20 Minuten wird in der Planeten-Kugelmühle eine knetbare Composite-Paste erreicht, die als A-Paste bezeichnet wird.

In einem separaten Achatbecher werden für eine mit Benzoylperoxid aktivierte Paste (B-Paste) ein mit Benzoylperoxid versetztes Gemisch aus Bisphenol-A-diglycidyl-dimethacrylat und Triäthylenglycol-dimethacrylat mit 20,18 Gewichtsanteilen in der Planeten-Kugelmühle vorgelegt. Dazu kommen 78,47 Gewichtsteile feingemahlener α -Quarz (Bergkristall), der mit 0,4% γ -Methacryloxypropyltrimethoxysilan, bezogen auf den Quarz, silanisiert wurde. Ausserdem werden 1,35 Gewichtsanteile hochdisperse Kieselsäure HDK 15 P zugegeben. Nach einer Mischzeit von 20 Minuten ergibt sich eine knetbare Composite-Paste (B-Paste).

Die A-Paste und B-Paste werden im Gewichtsverhältnis von 1 : 1 miteinander vermischt. Aus der Anmischung werden in Anlehnung an die FDI-Spezifikation Nr. 5 zylindrische Prüfkörper mit 6 mm Durchmesser und 12 mm Höhe angefertigt, die nach einer Wasserlagerung bei 37°C nach 24 Stunden eine Druckfestigkeit von 210 N/mm² ergeben.

Probekörper aus der gleichen Anmischung mit den Abmessungen 25 mm $\times$ 2 mm $\times$ 2 mm, die in Anlehnung an die DIN-Vorlage 00 13 921 angefertigt werden, ergeben nach Lagerung in destilliertem Wasser bei 37°C nach 24 Stunden eine Biegefestigkeit von 82 N/mm².

Vergleichende Lagerversuche von Benzoylperoxid enthaltenden Composite-Pasten.

3 g Benzoylperoxid und 0,2 g 2,6-Di-*t*-butyl-4-methylphenol werden in einem Gemisch aus 64 g Bisphenol-A-diglycidylmethacrylat und 36 g Triäthylenglycoldimethacrylat bei Raumtemperatur gelöst. Anschliessend wird diese Lösung mit den in der nachstehenden Tabelle angegebenen röntgenopaken silanisierten Füllstoffen im angegebenen Prozentsatz vermischt, in Polyäthylendosen eingewogen und in einem Trockenschrank bei 40°C gelagert.

Der Peroxidgehalt wird in zeitlichen Abständen von etwa 1 Woche bestimmt und prozentual zum Ausgangswert 100 umgerechnet.

Zur Kontrolle wird die füllstofffreie Peroxidlösung und eine mit silanisiertem Bergkristallpulver hergestellte Paste mit in die Prüfung einbezogen.

Tabelle

Abnahme des Peroxidgehaltes bei 40°C-Lagerung									
Lösung ohne Füllstoff	0	5	12	19	26	33	40	47	Tage
	100%	94,9%	93,6%	92,1%	88,4%	87,1%	84,8%	83,85%	BPO
Paste mit 78,3%	0	5	12	19	26	33	40	47	Tage
sil. Bergkristall	100%	96,7%	94,5%	90,0%	88,1%	82,0%	81,7%	81,7%	82,0% BPO

Tabelle (Fortsetzung)

Abnahme des Peroxidgehaltes bei 40° C-Lagerung					
Paste mit 73,2% Ba-Glas Schott** 8235®	0 100%	7 91,6%	14 80,6*%	23 85,8*%	Tage BPO
Paste mit 75% La-Glas Schott P 1816® (hergest. nach DE-OS 2 347 591)	0 100%	7 53,7*%	14 42,2*%	23 37,0*%	Tage BPO
Paste mit 81% Ba-Glas der Fa. Kimble*** Rag Sorb T 3000®	0 100%	7 66,1*%	14 31,1*%	23 18,5*%	Tage BPO

* anpolymerisiert

** Fa. Schott Gen., Mainz

*** Fa. Kimble O-I. Toledo, Ohio, USA (Division of Owens-Illinois, USA)