

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4602673号
(P4602673)

(45) 発行日 平成22年12月22日(2010.12.22)

(24) 登録日 平成22年10月8日(2010.10.8)

(51) Int.Cl.

F 1

A61C	7/14	(2006.01)
A61C	7/28	(2006.01)
A61C	7/00	(2006.01)

A 6 1 C	7/00
A 6 1 C	7/00

B
Z

請求項の数 1 (全 23 頁)

(21) 出願番号 特願2003-585616 (P2003-585616)
 (86) (22) 出願日 平成15年2月27日 (2003.2.27)
 (65) 公表番号 特表2005-523072 (P2005-523072A)
 (43) 公表日 平成17年8月4日 (2005.8.4)
 (86) 國際出願番号 PCT/US2003/005928
 (87) 國際公開番号 WO2003/088861
 (87) 國際公開日 平成15年10月30日 (2003.10.30)
 審査請求日 平成18年2月24日 (2006.2.24)
 (31) 優先権主張番号 10/126,019
 (32) 優先日 平成14年4月18日 (2002.4.18)
 (33) 優先権主張国 米国(US)

(73) 特許権者 505005049
 スリーエム イノベイティブ プロパティ
 ズ カンパニー
 アメリカ合衆国、ミネソタ州 55133
 -3427, セントポール, ポストオ
 フィス ボックス 33427, スリーエ
 ム センター
 (74) 代理人 100099759
 弁理士 青木 篤
 (74) 代理人 100077517
 弁理士 石田 敏
 (74) 代理人 100087413
 弁理士 古賀 哲次
 (74) 代理人 100111903
 弁理士 永坂 友康

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 2液型接着剤を用いた歯列矯正ブラケット

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ブラケットを歯に結合するための基部を有する歯列矯正ブラケットと、
 前記ブラケットの前記基部上の少なくとも2液型化学硬化接着剤の第1液であって、重
 合可能成分、重合開始剤、および前記第1液の総重量を基準にして45重量%～85重量
 %のシラン処理したベースフィラー、および前記第1液の総重量を基準にして0.2重量
 %～1.5重量%のヒュームドシリカフィラーを含む第1液であって、 $2.8 \times 3 \times 10^2$
 $\text{Pa} \cdot \text{s} \sim 7 \times 10^4 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ の定常状態粘度を有する、第1液と、

前記第1液と接触している表面を含む剥離基材と、
 を含む物品。

【発明の詳細な説明】

【背景技術】

【0001】

歯列矯正装置は、位置異常の歯を歯列矯正的に正しい位置に移動させることを含む。ブラケットとして知られる小さい歯列矯正装置を、患者の歯の外面に接続し、各ブラケットのスロットにアーチワイヤを挿入する。アーチワイヤは、該歯が、正しい咬合に望ましい位置に移動するように導く軌道を形成する。アーチワイヤ端面は、多くの場合、患者の臼歯に固定されるバッカルチューブとして知られる装置に収容される。近年、歯列矯正装置を歯の表面に直接接着することが一般的な方法となった。

【0002】

長年、直接接着される装置の基部に歯列矯正用接着剤を塗布した直後に、該装置を歯に取り付ける方法が一般的な方法であった。ある場合には、分量の接着剤を混合パッドまたは調合ウェルに分配し、小さいスパーテルまたは他の手用機器を使用して、少量の接着剤を各装置に塗布する。分量の接着剤をシリンジから該装置の基部に直接施与する場合もある。

【0003】

接着剤プレコート型プラケットが知られており、歯科矯正医にかなりの便宜を提供している。接着剤プレコート型プラケットは、製造会社が正確な量の接着剤、たとえば光硬化接着剤を、上に塗布することが可能な接着用基部を有する。プラケットを歯に取り付けることが望ましいとき、該プラケットは、パッケージから簡単に取り出して歯表面に直接取り付けられる。10

【0004】

プレコート型プラケットに使用される接着剤は、概して、他の利用可能な歯列矯正用接着剤より粘着性（すなわち、低流動性）である。使用するためにプラケットをパッケージから持ち上げたとき、高粘度であることにより、接着剤がその形状を維持し、または分離したり変形したりしないことが保証される。しかし、一部の歯科矯正医は、接着剤が硬化する前に、プラケットを操作しやすくするために、より低粘度の（すなわち、より流動性の）接着剤の使用を好む。たとえば、接着剤が硬化する前に、歯の適切かつ正確な位置に、プラケットを整列させようと努力するとき、より低粘度の接着剤が付いたプラケットは、歯表面に沿って滑らせることが比較的容易である。20

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

一部の開業医は、光硬化接着剤よりも、2液型化学硬化接着剤（たとえば、スリーエム・ユニテック・コーポレーション（3M Unitek Corporation）から販売されているユナイト（UNITE）ブランドの接着剤）を好む。プラケットの基部が、2液型接着剤の一液で被覆された歯列矯正プラケットが報告されている。プラケットをパッケージから取り出した後、第2液をプラケット基部および/または歯表面に塗布し、次いでこのプラケットを、患者の歯表面に適用する。報告された、2液型化学硬化接着剤の一液で予め被覆されたプラケットのためのパッケージは、図1を参照すると、接着剤22が付いたプラケット16を宙に浮かしておくためのアーム14および15を有するキャリヤー12を容器18内に有するアセンブリ10、および、図2を参照すると、プラケット16上の接着剤22と接触して、平らでない、くぼみがついた、すなわち「V」形の、貯蔵所19を有する容器18を有するアセンブリ10を含む。現在、化学硬化接着剤で予め被覆されたプラケットを開業医に提供するための改良された構造が、当技術分野で必要である。30

【課題を解決するための手段】

【0006】

一態様において、本発明は、プラケットを歯に結合するための基部、プラケットの基部上の少なくとも2液型接着剤の第1液、および第1液と接触している表面を含む剥離基材を有する歯列矯正プラケットを含む物品を提供する。該少なくとも2液型接着剤の第1液は、重合可能成分、重合開始剤、および該第1液の総重量を基準にして少なくとも約10重量%の、シリカフィラーを含むフィラーを含む。好ましくは、第1液は、28で少なくとも約4000ダイン/ cm^2 の静的降伏応力を有する。好ましくは、第1液は28で約 3×10^2 ～約 7×10^4 Pa-sの定常状態粘度を有する。歯列矯正プラケットは、場合によって、たとえば、重合可能成分および活性化剤を含む少なくとも2液型接着剤の第2液を含むキットで、提供することが可能である。40

【0007】

別の態様において、本発明は、歯列矯正プラケットを歯に結合するための方法を提供する。一実施形態では、本方法は、プラケットを歯に結合するための基部、基部上の少なく50

とも 2 液型接着剤の第 1 液、および第 1 液と接触している表面を含む剥離基材を有する歯列矯正ブラケットであって、該第 1 液が重合可能成分、重合開始剤、および第 1 液の総重量を基準にして少なくとも約 10 重量 % の、シリカフィラーを含むフィラーを含む歯列矯正ブラケットを提供するステップと；少なくとも 2 液型接着剤の第 2 液を歯表面に塗布するステップであって、該第 2 液が重合可能成分および第 1 液中の重合開始剤用の活性化剤を含むステップと；基部上に第 1 液を有する歯列矯正ブラケットを剥離基材から分離させるステップと；該ブラケットの基部を、少なくとも 2 液型接着剤の第 2 液を上に有する歯表面に適用するステップと；を含む。好ましくは、該歯列矯正ブラケットは、少なくとも約 7 MPa の接着力で歯に結合する。

【0008】

10

別の態様において、本発明は、歯列矯正ブラケットを歯に結合する方法を提供する。一実施形態では、本方法は、ブラケットを歯に結合するための基部、基部上の少なくとも 2 液型接着剤の第 1 液、および第 1 液と接触している表面を含む剥離基材を有する歯列矯正ブラケットであって、該第 1 液が重合可能成分、重合開始剤、および第 1 液の総重量を基準にして少なくとも約 10 重量 % の、シリカフィラーを含むフィラーを含む歯列矯正ブラケットを提供するステップと；基部上に第 1 液を有する歯列矯正ブラケットを剥離基材から分離させるステップと；少なくとも 2 液型接着剤の第 2 液を、ブラケットの基部上の第 1 液に塗布するステップであって、該第 2 液が重合可能成分および第 1 液中の重合開始剤用の活性化剤を含むステップと；該ブラケットの基部を、歯表面に適用するステップと；を含む。好ましくは、該歯列矯正ブラケットは、少なくとも約 7 MPa の接着力で歯に結合する。

20

【0009】

本発明のさらなる態様は、特許請求の範囲の特徴で明確に規定される。

【0010】

定義

本明細書で使用されるとき、「歯列矯正ブラケット」は、たとえば、パッカルチューブ、リンガルボタン、およびクリートを含む、歯に結合するための開放型または閉鎖型のアーチワイヤスロットを含む装置を指す。したがって、用語「歯列矯正ブラケット」は、歯列矯正バンドを包含しない。該ブラケットは、接着剤を受ける基部を有し、また金属、プラスチック、セラミック、およびそれらの組合せでできてもよい。

30

【0011】

本明細書で使用されるとき、「2 液型」接着剤は、2 つの別個のパートで成分を有し、各パートは、別々に保存されているとき、硬化に対して安定している接着剤組成物を指す。該接着剤は、2 液を接触させたとき、硬化する。本明細書で使用されるとき、用語「接着剤」は、2 液型接着剤の第 1 および / または第 2 液を指すこともある。

【0012】

本明細書で使用されるとき、「フィラー」は、樹脂内に分散させることができる乾燥粉末状の粒状物質（たとえば、無機酸化物）を意味する。たとえば、歯科コンポジットは、好ましくは、樹脂中に分散させた粉末を含む。

【0013】

40

本明細書で使用されるとき、用語「シリカ」は、化合物二酸化ケイ素を指す。カーコスマード化学大辞典 (Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology)、4 版、21巻、977 ~ 1032 ページ (1977) を参照されたい。

【0014】

本明細書で使用されるとき、用語「非晶質シリカ」は、X 線回折測定で定義される結晶構造を持たないシリカを指す。非晶質シリカの例としては、シリカゾル、シリカゲル、沈降シリカ、および焼成シリカなどが挙げられる。

【0015】

本明細書で使用されるとき、用語「焼成シリカ」および「ヒュームドシリカ」は、同義

50

的に使用され、気相で形成される非晶質シリカを指す。焼成シリカは、たとえば、分枝鎖に融合した数百の一次粒子、三次元凝集体を含んでもよい。焼成シリカの例としては、エアロジル(AEROSIL)OX-50、エアロジル(AEROSIL)-130、エアロジル(AEROSIL)-150、エアロジル(AEROSIL)-200、およびエアロジル(AEROSIL)R-972の商品名でデグッサ・アーゲー(DeGussa AG)(ドイツ・ハーナウ(Hanau, Germany))から販売されている製品およびキャボット・コーポレーション(Cabot Corp.)(マサチューセッツ州ボストン(Boston, MA))から販売されているCAB-O-SIL M5およびCAB-O-SIL TS720などが挙げられる。

【0016】

10

本明細書で使用されるとき、「ベース・フィラー」は、ヒュームドシリカフィラー以外のフィラーを指す。ベース・フィラーとしては、たとえば、非反応性フィラー(たとえば、石英フィラー)、反応性フィラー(たとえば、フルオロアルミノシリケートガラス)、およびそれらの組合せなどがある。

【0017】

本明細書で使用されるとき、「シラン処理した」は、シラン(たとえば、ジクロロジメチルシラン)を加えることによって粒子の表面が修飾されていることを意味する。場合によって、該シランは、反応性官能基(たとえば、-メタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン、A174)を含むカップリング剤であってよい。

【0018】

20

本明細書で使用されるとき、「凝集体長さ」は、凝集体の最長寸法を意味する。本明細書で使用されるとき、「凝集体」は、たとえば、残留物化学的処理によって、多くの場合、共有化学結合、イオン化学結合、または水素結合で結合されている強く会合した一次粒子を表す。

【0019】

本明細書で使用されるとき、「スランプ」は、重力を受けて流れる現象を指す。歯列矯正接着剤は、口内に入れた後、該材料が硬化するまで付与形状が不变のままであることを開業医が望むため、スランプしないことが望ましい。該接着剤が、スランプすることなく、該装置の重量に耐えられることも好ましい。スランプは、ブラケットの転位および歯上の接着剤被覆ブラケットのスケートを招くことがある。十分に高い降伏応力を有する材料はスランプしない; すなわち、重力の応力を受けて流れない。材料の降伏応力は、材料を流れさせるのに必要な最小応力であり、Rheology Principles, Measurements, and Applications, C.W. マコスコ(Macosko)、VCHパブリッシャーズ・インコーポレイテッド(VCH Publishers, Inc.)、ニューヨーク(New York)、1994年、92ページに記載されている。重力に起因する応力が材料の降伏応力未満であれば、材料は流れない。重力に起因する応力は、配置される接着剤の質量および形状に依存する。歯列矯正接着剤の降伏応力が十分に高く、全ての使用タイプおよび使用サイズで材料がスランプしないことが望ましい。歯列矯正接着剤の降伏応力が十分に高く、ブラケットを接着剤の上部に支持するとき、材料が実質的にスランプしないことが好ましい。接着剤がブラケットの下から流れ出す場合、ブラケットを除去するとき、接着剤は剥離基材上に留まることが好ましい。

30

【0020】

40

歯列矯正接着剤の幾つかの用途では、開業医が後で使用するために、予備硬化した接着剤を歯列矯正装置に予備塗布し、結果として得られる、接着剤で予め被覆された装置をパッケージすることが望ましい。あるいは、接着剤を剥離基材に予備塗布し、次いで歯列矯正装置を歯に接着するために、開業医が後で使用するために、パッケージしてもよい。どちらの場合にも、パッケージされる接着剤(装置に塗布されようとまたは剥離基材に塗布されようと)が時を経てスランプしないことが重要である。幾つかの実施形態では、予備塗布された(すなわち予め被覆された)接着剤が、一般的なパッケージ保存条件および輸

50

送条件で、たとえば、6ヶ月までの保存、好ましくは約1年まで、より好ましくは約3年までの保存で、スランプしないことが必要である。概して、保存は、環境温度（すなわち、室温）以下であると考えられるが、場合によっては、保存および輸送条件が環境温度より高いこともあり得る。

【0021】

パッケージされた接着剤が時を経てスランプする傾向を決定したりまたは予測を助けるために、本明細書に記載のテスト方法に準拠して、接着剤／プラケット流出（すなわち「流出」）および／または接着剤／プラケット鉛直スリップ（すなわち「スリップ」）について、接着剤を評価することができる。簡単に記載すると、流出は、歯列矯正プラケットの下に水平に取り付けられた剥離基材の上を接着剤が外に向かって流れる経時的傾向を測定し；また、スリップは、剥離基材上に垂直に取り付けられた接着剤被覆プラケットが時を経て下方にスリップする傾向を測定する。両測定とも、流出値（40で1週間後）およびスリップ値が約0.4mm未満、より好ましくは約0.25mm未満、最も好ましくは0（ゼロ）であることが好ましい。約0.5mmより大きい流出値またはスリップ値は、肉眼で容易に分かり、また、パッケージされた接着剤の保存中および／または輸送中に、重大な問題を招く可能性がある。このような問題としては、たとえば、剥離ライナー上の接着剤の形状変形、または、より重大なことには、装置をパッケージから取り出したときの、歯列矯正装置と接着剤との分離などがある。

【0022】

このような接着剤が被覆された、パッケージされた本発明の物品の場合、該接着剤は、
28 で約4000ダイン/cm²～約100,000ダイン/cm²の静的降伏応力を有し；また28で約3×10²パスカル・秒(Pa·s)～約7×10⁴Pa·sの定常状態粘度を有することが好ましい。

【0023】

本明細書で使用されるとき、用語「(メタ)アクリレート」は、アクリレート、メタクリレート、またはそれらの組合せを表す省略表現であり、また「(メタ)アクリル」は、アクリル、メタクリルまたはそれらの組合せを表す省略表現である。

【0024】

本明細書で使用されるとき、化学用語「基」は、置換を許容する。

【0025】

本明細書で使用されるとき、「a」または「a n」は、1つ以上を意味する。

【発明を実施するための最良の形態】

【0026】

図3を参照すると、一実施形態において、本発明は、プラケット16を歯に結合するための基部20、基部20上の少なくとも2液型接着剤22の第1液、および少なくとも2液型接着剤22の第1液と接触している表面24を含む剥離基材26を有する歯列矯正プラケット16を含む物品10を提供する。剥離基材26は、たとえば、ポリエレフィン類、ポリ(塩化ビニル)、ポリウレタン類、およびポリ(テトラフルオロエチレン)を含む、多数の材料から選択することが可能である。好ましくは、剥離基材26の表面24は、多数の細孔を含み、かつ第1液22の約50重量%以下は、細孔内にある。歯列矯正プラケット16は、プラケット16の基部20が、剥離基材26から分離させた後、少なくとも2液型接着剤の第2液を表面上に有する歯表面に適用するとき、歯に結合することができる。

【0027】

プラケット上の少なくとも2液型接着剤の第1液は、重合可能成分、重合開始剤、およびフィラーを含む。少なくとも2液型接着剤の第2液は、好ましくは重合可能成分および活性化剤を含む。

【0028】

幾つかの実施形態では、該物品は、好ましくは、光、水蒸気、および／または酸素の透過を阻む障壁を提供する容器に入っている。本発明の幾つかの実施形態では、該物品は、

10

20

30

40

50

好ましくはキットとして提供される。幾つかの実施形態では、本発明は、好ましくは、歯列矯正ブラケットを歯に結合する方法を提供する。

【0029】

本発明の幾つかの実施形態は、1つ以上のさらなる特徴を提供することが可能である。たとえば、本発明の幾つかの実施形態では、少なくとも2液型接着剤の第1液は、好ましくは、28°で少なくとも約4000ダイン/ cm^2 の静的降伏応力を有する。本発明の幾つかの実施形態では、少なくとも2液型接着剤の第1液は、好ましくは、28°で約 3×10^2 ~約 $7 \times 10^4 \text{ Pa-s}$ の定常状態粘度を有する。

【0030】

本発明の幾つかの実施形態では、少なくとも2液型接着剤の第1液は、接着剤の総重量を基準にして、好ましくは少なくとも約10重量%の、シリカフィラーを含むフィラーを含む。好ましくは、第1液は、ベース・フィラーをさらに含む。

【0031】

本発明で使用される接着剤は、好ましくは、溶剤を実質的に含まず、また添加された水分を実質的に含まない。本明細書で使用されるとき、用語「添加された水分を実質的に含まない」は、該組成物が、非複合体または配位体として意図的に加えられた水分を含まないことを意味する。金属またはガラス等の多くの材料は、その標準状態で、大気から吸収されるかまたは配位錯体として存在する水分を含むと理解される。吸湿性材料によって吸収されるか、または水和物として存在する水分は、許容範囲で、本明細書に記載の組成物中に存在する。該組成物中に存在する水分は、ソースと関係なく、水分が、該組成物の長期特性に悪影響を及ぼすような量で存在してはならない。たとえば、水分は、商業上望ましい保存期間中に、該材料の群性または粒状性が現れるように、酸・反応性フィラーと酸性成分との反応を促進するであろう量で存在してはならない。

【0032】

接着剤

本発明で使用される接着剤は、少なくとも2液型接着剤である。本発明で開示される物品は、歯列矯正ブラケットの基部上の少なくとも2液型接着剤第1液を含む。好ましくは、該少なくとも2液型接着剤の第2液は、歯表面に塗布される。ブラケットの基部を、少なくとも2液型接着剤の第2液を上に有する歯表面に適用するとき、該接着剤は硬化し、歯列矯正ブラケットを歯に結合する。あるいは、第2液を、ブラケットの基部上の第1液に塗布し、次いでブラケット該歯表面に適用する。

【0033】

該少なくとも2液型接着剤の第1液は、重合可能成分、重合開始剤、およびフィラーを含む。該少なくとも2液型接着剤の第2液は、重合可能成分および活性化剤を含む。該少なくとも2液型接着剤の第2液は、たとえば、ポリ(メチルメタクリレート)を含む高分子材料を場合により含んでもよい。代表的な2液型接着剤は、たとえば、米国特許第5,221,202号明細書(ジェームス(James))に開示されている。しかし、このような接着剤には、高レベルのシリカフィラーがなく、予め被覆される接着剤に、一部の開業医が望む流動学的特性および結合強さを与えない。

【0034】

少なくとも2液型接着剤の第1液

重合可能成分

本発明で使用される接着剤は、重合可能成分を含む。好ましくは、該重合可能成分は、重合可能な基を含むモノマー、オリゴマー、またはポリマーである。代表的な重合可能成分は、たとえば、米国特許第6,126,922号明細書(ロッジ(Rozzi)ら)および国際特許出願公開公報、国際公開第00/69393号パンフレット(ブレナン(Brennan)ら)に開示されている。該重合可能成分は、重合可能な、本明細書に開示されている親水性成分および酸性成分から選択することが可能である。

【0035】

重合可能基は、フリーラジカル重合可能基、カチオン重合可能基、またはそれらの組合

10

20

30

40

50

せから選択することが可能である。本発明の好ましい態様において、重合可能な材料の少なくとも一部は、未硬化材料全体で粘度低下作用を果たすように、該組成物の他成分より粘度が比較的低い。

【 0 0 3 6 】

ス(4-アクリルオキシジエトキシフェニル)プロパン、2,2'-ビス[3-(4-フェノキシ)-2-ヒドロキシプロパン-1-メタクリレート]プロパン、2,2'-ビス[3-(4-フェノキシ)-2-ヒドロキシプロパン-1-アクリレート]プロパン、およびそれらの組合せを含む、(メタ)アクリル酸のエステル類である。

【0037】

好みしくは、該少なくとも2液型接着剤の第1液は、該少なくとも2液型接着剤の第1液の総重量を基準にして、少なくとも約28重量%、より好みしくは少なくとも約30重量%、最も好みしくは少なくとも約32重量%の重合可能成分を含む。好みしくは、該少なくとも2液型接着剤の第1液は、該少なくとも2液型接着剤の第1液の総重量を基準にして、多くても約40重量%、より好みしくは多くても約38重量%、最も好みしくは多くても約36重量%の重合可能成分を含む。10

【0038】

該重合可能成分は、親水性成分を場合により含んでもよい。好みしくは、親水性成分は、親水性モノマー、オリゴマー、またはポリマーである。代表的な親水性成分は、たとえば、米国特許第6,126,922号明細書(ロッジ(Rozzi)ら)および国際特許出願公開公報、国際公開第00/69393号パンフレット(ブレナン(Brennan)ら)に開示されている。

【0039】

好みしい親水性成分としては、たとえば、2-ヒドロキシエチルアクリレート、2-ヒドロキシエチルメタクリレート(HEMA)、ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、グリセロールジ(メタ)アクリレート、ポリ(エチレングリコール)メタクリレート、ポリ(エチレングリコール)ジ(メタ)アクリレート、ポリ(プロピレングリコール)(メタ)アクリレート、テトラヒドロフルフリル(メタ)アクリレート、グリシジル(メタ)アクリレート、およびそれらの組合せなどがある。他の好みしい親水性モノマーとしては、グリセロール(メタ)アクリレート、グリセロールジ(メタ)アクリレート、エチレングリコールジ(メタ)アクリレート、ポリ(エチレングリコール)ジ(メタ)アクリレート(繰り返しエチレンオキシド単位の数が2から30まで変化する場合、たとえば、トリ(エチレングリコール)ジメタクリレート(TEGDMA)を含む)。20

【0040】

親水性成分の他の例としては、ピロリドン等のモノマーおよびポリマー、水酸基およびポリエーテル基を含む部分、スルホン酸基を含む部分、スルフィン酸基、N-オキシスクシンイミド、N-ビニルアセトアミド、およびアクリルアミドなどが挙げられる。30

【0041】

親水性成分が存在するとき、好みしくは、該少なくとも2液型接着剤の第1液は、該少なくとも2液型接着剤の第1液の総重量を基準にして、少なくとも約0.05重量%、より好みしくは少なくとも約1重量%、最も好みしくは少なくとも約3重量%の、親水性成分を含む。親水性成分が存在するとき、好みしくは、該少なくとも2液型接着剤の第1液は、該少なくとも2液型接着剤の第1液の総重量を基準にして、多くても約40重量%、より好みしくは多くても約38重量%、最も好みしくは多くても約36重量%の、親水性成分を含む。40

【0042】

該重合可能成分は、酸性成分を場合により含んでもよい。好みしくは、該酸性成分は、酸性のモノマー、オリゴマー、またはポリマーである。該酸性成分は、少なくとも1つの酸性基を含む。該酸性基は、好みしくは、CおよびPの酸素酸またはチオ酸素酸から選択される。より好みしくは、該酸性成分は、CまたはPの酸である化合物である。必要に応じて、酸無水物等の酸前駆物質、たとえば、無水4-メタクリルオキシエチルトリメリテート(4-META)、またはエステルを、酸それ自身の代わりに使用してもよい。たとえば、所望の酸をin situで生成させてもよい。好みしい酸としては、たとえば、カルボン酸類、スルホン酸類、およびフェノール類などがあり、カルボン酸類、アルキルスルホン酸類、アリールスルホン酸類、およびホスホン酸類がより好みしい。代表的な親50

水性成分は、たとえば、米国特許第6,126,922号明細書(ロッジ(Rozzi)ら)および国際特許出願公開公報、国際公開第00/69393号パンフレット(ブレナン(Brennan)ら)に開示されている。

【0043】

好ましい酸性基は、カルボン酸類、スルホン酸類、リン酸類、ホスホン酸類、およびホウ酸類、前述の酸類の塩類、または歯列矯正手技中に出会う条件でこれらの酸に容易に変換される前述の酸類の前駆物質である。酸性成分の例としては、たとえば、(メタ)アクリロイル置換カルボン酸類；ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、およびグリセロールジ(メタ)アクリレートのリン酸エステル類；ペントエリスリトールの(メタ)アクリレート類(たとえば、ペントエリスリトールジ(メタ)アクリレート)；およびジペントエリスリトールの(メタ)アクリレート類(たとえば、ジペントエリスリトールペンタ(メタ)アクリレート)、およびそれらの組合せなどが挙げられる。

【0044】

好ましい酸性成分としては、たとえば、アミノ酸の誘導体、およびエチレン性不飽和官能基で官能化されている酒石酸、クエン酸、リンゴ酸等の酸類などがある。たとえば、クエン酸は、アクリロイルまたはメタクリロイル官能基を組み入れることによって官能化することができる。この好ましい例は、クエン酸とイソシアナトエチルメタクリレートの反応生成物である、CDMAである。

【0045】

酸性成分が存在するとき、好ましくは、該少なくとも2液型接着剤の第1液は、該少なくとも2液型接着剤の第1液の総重量を基準にして、少なくとも約0.01重量%、より好ましくは少なくとも約0.05重量%、最も好ましくは少なくとも約1重量%の、酸性成分を含む。酸性成分が存在するとき、好ましくは、該少なくとも2液型接着剤の第1液は、該少なくとも2液型接着剤の第1液の総重量を基準にして、多くても約40重量%、より好ましくは多くても約38重量%、最も好ましくは多くても約36重量%の、酸性成分を含む。

【0046】

重合開始剤

本発明で使用される該少なくとも2液型接着剤の第1液は、重合開始剤を含む。好ましくは、該重合開始剤は、フリーラジカル発生剤である。有用なフリーラジカル発生剤としては、たとえば、過酸化物(たとえば、ベンゾイルペルオキシド、ジクミルペルオキシド、ジ-t-ブチルペルオキシド)およびヨードニウム塩類(たとえば、ジフェニルヨードニウムクロリド、ブロミド、ヨウ化物、またはヘキサフルオロホスフェート)などがある。代表的な重合開始剤は、たとえば、米国特許第6,126,922号明細書(ロッジ(Rozzi)ら)および国際特許出願公開公報、国際公開第00/69393号パンフレット(ブレナン(Brennan)ら)に開示されている。好ましい重合開始剤としては、たとえば、ベンゾイルペルオキシドなどがある。

【0047】

フィラー

本発明で使用される接着剤は、反応性または非反応性のフィラーを場合により含んでもよい。該フィラーは、単峰性または多峰性(たとえば、二峰性)の粒度分布を有してもよい。該フィラーは、無機材料であってもよい。該フィラーは重合可能樹脂中に溶解しない架橋有機材料であってもよく、また場合により無機フィラーで満ちていてもよい。該フィラーは、好ましくは、無毒でかつ口内での使用に適する。該フィラーは、X線不透過性であってもよく、X線透過性、または非X線不透過性であってもよい。

【0048】

反応性フィラーは、イオノマーセメントを形成するためにイオノマーと共によく使用されるものを包含する。適当な反応性フィラーの例としては、酸化亜鉛および酸化マグネシウム等の金属酸化物、ならびにイオン浸出性ガラスなどがあり、たとえば、米国特許第3

10

20

30

40

50

, 655, 605号明細書(スミス(Smith))；同第3, 814, 717号明細書(ウィルソン(Wilson)ら)；同第4, 143, 018号明細書(クリスピ(Crisp)ら)；同第4, 209, 434号明細書(ウィルソン(Wilson)ら)；同第4, 360, 605号明細書(シュミット(Schmitt)ら)、および同第4, 376, 835号明細書(シュミット(Schmitt)ら)に開示のものを包含する。このような反応性フィラーを組み入れて、取扱特性を幾分変えたり、または最終的な組成物の硬化特性に影響を及ぼすことが可能である。

【0049】

反応性フィラーは、好ましくは、微粉化反応性フィラーである。該フィラーは、他の成分と便利に混合することができ、また口内で使用できるように、十分に微粉化されなければならない。該フィラーの平均粒度は、好ましくは少なくとも約0.2ミクロンであり、より好ましくは少なくとも約1ミクロンである。該フィラーの平均粒度は、好ましくは多くても約15ミクロン、より好ましくは多くても約10ミクロンである。平均粒度は、たとえば、沈降アナライザーを使用することにより、測定することが可能である。

10

【0050】

本発明で使用される接着剤で使用するのに好ましいフィラーは、酸反応性フィラーを包含する。適当な酸反応性フィラーとしては、金属酸化物、金属塩、およびガラスなどがある。好ましい金属酸化物としては、酸化バリウム、酸化カルシウム、酸化マグネシウム、および酸化亜鉛などがある。好ましい金属塩は、たとえば、酢酸アルミニウム、塩化アルミニウム、塩化カルシウム、塩化マグネシウム、塩化亜鉛、硝酸亜鉛、硝酸バリウム、硝酸カルシウム、硝酸マグネシウム、硝酸ストロンチウム、およびフルオロホウ酸カルシウムを含む、多価カチオンの塩類を包含する。好ましいガラスとしては、ホウ酸ガラス、リン酸ガラス、およびフルオロアルミノシリケートガラスなどがある。

20

【0051】

酸反応性フィラーの最も好ましいものは、フッ化物を放出するものである。フッ化物放出ガラスは、本明細書で説明されている優れた取扱性および最終組成物特性を提供するほかにも、たとえば、口腔内での使用を含む使用時に、フッ化物の長期放出という利益を提供する。フルオロアルミノシリケートガラスが特に好ましい。好適な酸反応性フィラーは、当業者によく知られている様々な商業的供給源からも入手できる。必要に応じて、フィラーの混合物を使用してもよい。

30

【0052】

必要に応じて、酸反応性フィラーを表面処理に付すことができる。適当な表面処理としては、酸洗浄、リン酸処理、酒石酸等のキレート剤による処理、およびシランまたはシラノールカップリング剤による処理などがある。特に好ましい酸反応性フィラーは、米国特許第5, 332, 429号明細書(ミトラ(Mitra)ら)に記載のシラノール処理フルオロアルミノシリケートガラスフィラーである。

【0053】

非酸反応性フィラーは、歯科修復用組成物等々で現在使用されているフィラー等の、医療用組成物に組み入れるのに好適な材料の1つ以上から選択することが可能である。適当な非酸反応性無機フィラーの例は、天然または合成の材料、たとえば石英(たとえば、IMSILという商品名で、イリノイ州エルコにあるユニミム・スペシャルティ・ミネラルズ(Unimim Specialty Minerals, Elco, IL)から販売されているものおよびコンサイス(CONCISE)という商品名で、ミネソタ州セント・ポールにあるスリーエム・エスペ(3M Espe, St. Paul, MN)から販売しているものを含む、微晶質シリカ)、窒化物(たとえば、窒化ケイ素)、たとえばCe、Sb、Sn、Zr、Sr、Ba、およびAlから誘導されるガラス類、コロイド状シリカ、長石、ホウケイ酸ガラス、カオリン、タルク、チタニア、および亜鉛ガラス；低モース硬度フィラー、たとえば米国特許第4, 695, 251号明細書(ランドクレブ(Randklev))に記載のもの；および1ミクロン未満のシリカ粒子(たとえば、デグッサ(Degussa)が販売している「エアロジル(Aerosil)」シリーズ「

40

50

「O X 50」、「130」、「150」および「200」シリカならびにマサチューセッツ州ボストンにあるキャボット・コーポレーション (Cabot Corp., Boston, MA) が販売している「Cab-O-Sil M5」および「Cab-O-Sil TS-720」シリカ等の、焼成シリカ) である。好適な非反応性有機フィラー粒子は、充填剤入りまたは無充填の粉碎したポリカーボネート類、ポリエポキシド類等々を包含する。好ましい非酸反応性フィラー粒子としては、石英、1ミクロン未満のシリカ、および米国特許第4,503,169号明細書(ランドクレブ(Randklev))に記載のタイプの非ガラス質ミクロ粒子などがある。非酸反応性フィラーの混合物、ならびに有機材料および無機材料で作られた組合せフィラーも検討されている。

【0054】

10

好ましくは、フィラー粒子の表面は、フィラーと重合可能樹脂との間の結合を強化するためにカップリング剤で処理されている。適當なカップリング剤の使用は、たとえば、-メタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン、-メルカプトプロピルトリエトキシシラン、-アミノプロピルトリメトキシシラン、およびそれらの組合せを含む。

【0055】

本発明の幾つかの実施形態では、該接着剤は、好ましくは、少なくとも約70m²/g、より好ましくは少なくとも約90m²/g、最も好ましくは少なくとも約100m²/gの表面積を有する1種以上のシリカフィラーを含む。本発明の幾つかの実施形態では、該接着剤は、好ましくは、多くても約1000m²/g、より好ましくは多くても約500m²/g、最も好ましくは多くても約150m²/gの表面積を有する1種以上のシリカフィラーを含む。

20

【0056】

好ましくは、該接着剤は、該接着剤の総量を基準にして、少なくとも約10重量%、より好ましくは少なくとも約45重量%、最も好ましくは少なくとも約50重量%の、ベース・フィラーを含む。好ましくは、該接着剤は、該接着剤の総量を基準にして、多くても約87重量%、より好ましくは多くても約85重量%、最も好ましくは多くても約83重量%の、ベース・フィラーを含む。

【0057】

30

好ましくは、該接着剤は、該接着剤の総量を基準にして、少なくとも約0.1重量%、より好ましくは少なくとも約0.2重量%、最も好ましくは少なくとも約5重量%の、少なくとも約70m²/gの表面積を有するヒュームドシリカフィラーを含む。好ましくは、該接着剤は、該接着剤の総量を基準にして、多くても約50重量%、より好ましくは多くても約15重量%、最も好ましくは多くても約10重量%の、少なくとも約70m²/gの表面積を有するヒュームドシリカフィラーを含む。より高レベルのベース・フィラーは、好ましくは、より低レベルのヒュームドシリカフィラーを所望の流動学的特性に到達させ、同様に、より低レベルのベース・フィラーは、好ましくは、より高レベルのヒュームドシリカフィラーを所望の流動学的特性に到達させることを認識すべきである。

【0058】

好ましくは、該接着剤は、少なくとも約0.01ミクロン、より好ましくは少なくとも約0.05ミクロン、最も好ましくは少なくとも約0.1ミクロンの平均凝集体長さを有するヒュームドシリカフィラーを含む。好ましくは、該接着剤は、多くても約1ミクロン、より好ましくは多くても約0.5ミクロン、最も好ましくは多くても約0.4ミクロンの平均凝集体長さを有するヒュームドシリカフィラーを含む。

40

【0059】

必要に応じて、本発明で使用される接着剤は、補助剤を場合により含んでもよい。補助剤としては、たとえば、助溶剤、顔料、インヒビター、促進剤、粘度調整剤、界面活性剤、レオロジー調整剤、着色剤、薬剤、接着促進剤および当業者に明白になるであろう他の成分などがある。場合によって、該組成物は、安定剤を含んでもよい。好適な補助剤としては、たとえば、国際特許出願公開公報、国際公開第00/69393パンフレット(ブレナン(Brennan)ら)に開示されているものなどがある。

50

【0060】

物理的特性

本発明で使用される接着剤は、好ましくは、プレコート型および／またはパッケージされた歯列矯正接着剤に望ましい物理的特性を有する。望ましい特性としては、たとえば、十分な取扱特性、開業医が観測できるであろうスランプがないこと、実質的な流出がないこと、適当な歯科治療光安定性、ライナーまたは歯の上に置いたとき観測できるスリップがないこと、適当な審美的色合い、診療室光条件での色安定性（たとえば、白色光安定性）、および硬化前に置いたとき、該プレコート型プラケットが歯から落ちない十分な粘着性などがある。

【0061】

10

本発明で使用される該少なくとも2液型接着剤の第1液は、好ましくは、28で少なくとも約 3×10^2 Pa-s、より好ましくは少なくとも約 5×10^3 Pa-s、最も好ましくは少なくとも約 1×10^4 Pa-sの定常状態粘度を有する。本発明で使用される該少なくとも2液型接着剤の第1液は、好ましくは、28で多くても約 7×10^4 Pa-s、より好ましくは多くても約 2.5×10^4 Pa-s、最も好ましくは多くても約 2×10^4 Pa-sの定常状態粘度を有する。

【0062】

20

本発明で使用される該少なくとも2液型接着剤の第1液は、好ましくは、28で、少なくとも約4,000ダイン/cm²、より好ましくは少なくとも約8,000ダイン/cm²、最も好ましくは少なくとも約9,000ダイン/cm²の静的降伏応力を有する。本発明で使用される該少なくとも2液型接着剤の第1液は、好ましくは、28で多くても約100,000ダイン/cm²、より好ましくは多くても約60,000ダイン/cm²、最も好ましくは多くても約25,000ダイン/cm²の静的降伏応力を有する。

【0063】

本発明で使用される該少なくとも2液型接着剤の第1液は、当該技術分野で周知の方法で、歯列矯正装置の基部に塗布することが可能である。適当な方法としては、たとえば、シリング、または、たとえば、米国特許第5,552,177号明細書（ジェーコブス（Jacobs）ら）に開示されている他の適当な分配装置を用いた塗布などがある。

【0064】

少なくとも2液型接着剤の第2液

30

該少なくとも2液型接着剤の第2液は、下塗り剤としても知られる。該少なくとも2液型接着剤の第2液は、本明細書に記載の重合可能成分、および活性化剤を含む。該少なくとも2液型接着剤の第2液は、たとえば、ポリ（メチルメタクリレート）および／またはカップリング剤（たとえば、A174という商品名で、コネチカット州ダンベリーにあるウイットコ・オシ・スペシャルティーズ（Witco Osi Specialties, Danbury, CT）から販売されている - メタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン）を含む高分子材料を、場合により含んでもよい。

【0065】

本発明で使用される該少なくとも2液型接着剤の第2液は、活性化剤を含む。好ましくは、該活性化剤は、重合開始剤と相互に反応して、フリーラジカルを生成させる。フリーラジカル重合開始剤に有用な活性化剤としては、たとえば、電子供与体（たとえば、ベンゼンスルフィン酸ナトリウム、アミン類、およびアミノアルコール類）などがある。代表的な活性化剤は、たとえば、米国特許第6,126,922号明細書（ロッジ（Rozzi）ら）および国際特許出願公開公報、国際公開第00/69393号パンフレット（ブレナン（Brennan）ら）に開示されている。好ましい活性化剤は、電子供与体であり、アミン類はより好ましい。好ましいアミン電子供与体としては、たとえば、N,N-ビス-（2-ヒドロキシエチル）-p-トルイジンなどがある。

【0066】

好ましくは、該少なくとも2液型接着剤の第2液は、該少なくとも2液型接着剤の第2液の総重量を基準にして、少なくとも約3重量%、より好ましくは少なくとも約5重量%

40

50

、最も好ましくは少なくとも約7重量%の活性化剤を含む。好ましくは、該少なくとも2液型接着剤の第2液は、該少なくとも2液型接着剤の第2液の総重量を基準にして、多くても約30重量%、より好ましくは多くても約25重量%、および最も好ましくは多くても約20重量%活性化剤を含む。

【0067】

好ましくは、該少なくとも2液型接着剤の第2液は、該少なくとも2液型接着剤の第2液の総重量を基準にして、少なくとも約80重量%、より好ましくは少なくとも約82重量%、最も好ましくは少なくとも約85重量%の重合可能成分を含む。好ましくは、該少なくとも2液型接着剤の第2液は、該少なくとも2液型接着剤の第2液の総重量を基準にして、多くても約95重量%、より好ましくは多くても約93重量%、最も好ましくは多くても約90重量%の重合可能成分を含む。10

【0068】

好ましくは、該少なくとも2液型接着剤の第2液は、該少なくとも2液型接着剤の第2液の総重量を基準にして、少なくとも約1重量%、より好ましくは少なくとも約1.5重量%、および最も好ましくは少なくとも約2重量%の高分子材料を含む。好ましくは、該少なくとも2液型接着剤の第2液は、該少なくとも2液型接着剤の第2液の総重量を基準にして、多くても約10重量%、より好ましくは多くても約7重量%、最も好ましくは多くても約5重量%高分子材料を含む。

【0069】

好ましくは、該少なくとも2液型接着剤の第2液は、該少なくとも2液型接着剤の第2液の総重量を基準にして、少なくとも約0.1重量%、より好ましくは少なくとも約0.25重量%、最も好ましくは少なくとも約0.5重量%のカップリング剤を含む。好ましくは、該少なくとも2液型接着剤の第2液は、該少なくとも2液型接着剤の第2液の総重量を基準にして、多くても約2重量%、より好ましくは多くても約1.5重量%、最も好ましくは多くても約1.25重量%のカップリング剤を含む。20

【0070】

本発明で使用される該少なくとも2液型接着剤の第2液は、好ましくは、28で少なくとも約0.1Pa-s、より好ましくは少なくとも約0.15Pa-s、最も好ましくは少なくとも約0.175Pa-sの、定常状態粘度を有する。本発明で使用される該少なくとも2液型接着剤の第2液は、好ましくは、28で多くても約0.4Pa-s、より好ましくは多くても約0.35Pa-s、最も好ましくは多くても約0.3Pa-sの、定常状態粘度を有する。30

【0071】

剥離基材

本発明の物品は、好ましくは、接着剤と接触した剥離基材を含む。好ましくは、剥離基材の表面は多数の細孔を含み、かつ約50重量%以下の接着剤が細孔内にある。好ましくは、該剥離基材はフォームを含む。適当な剥離基材は、たとえば、米国特許第6,183,249号明細書(ブレナン(Brennan)ら)に開示されている。好ましくは、該剥離基材は、ミニセル(MINICEL)(たとえば、ミニセル(MINICEL)M200)という商品名で、マサチューセッツ州ローレンスにあるボルテック(Voltek,Lawrence,MA)から販売されている架橋ポリエチレンフォームである。好ましくは、該剥離基材を使用することにより、該装置を容易に外すことができ、またスリップおよび流出が減少する。40

【0072】

本発明で使用される剥離基材は、当該技術分野で周知の方法で、該歯列矯正装置の基部上の接着剤に適用することが可能である。適当な方法としては、たとえば、剥離基材を、容器の窪みの底に載せ、次いで、該接着剤が該剥離基材と接触しているように、該プラケットを該窪みにそっと挿入する。たとえば、米国特許第5,552,177号明細書(ジェーコブス(Jacobs)ら)に記載されているように、ロボットのアームを使用してもよい。50

【0073】

本発明物品は、好ましくは、保存および配布のために、容器に入っている。適當な容器としては、たとえば、米国特許第4,978,007号明細書(ジェーコブス(Jaco b s)ら)、同第5,172,809号明細書(ジェーコブス(Jac o b s)ら)、同第5,328,363号明細書(チェスター(Chester)ら)、同第5,354,199号明細書(ジェーコブス(Jac o b s)ら)、同第5,538,129号明細書(チェスター(Chester)ら)、同第5,575,645号明細書(ジェーコブス(Jac o b s)ら)、および「光硬化材料用容器(CONTAINERS FOR PHOTOCURABLE MATERIALS)」と題する、本発明と同一の譲受人に譲渡された米国特許出願第10/126804号明細書に開示されているものなどがある。
10
場合によって、該容器は剥離基材を含んでもよい。該剥離基材は、場合により該容器の一部であってもよいが、好ましくは該剥離基材は剥離ライナーである。

【0074】

本発明で開示されている物品は、キットに含まれていてもよい。本発明の1つ以上の物品を有する上に、キットは好ましくは、たとえば、歯列矯正装置を使用するための説明書、少なくとも2液型接着剤の第2液、エッティング組成物、エッティング組成物用のスワブまたはブラシ・チップ、装置留置ガイド、またはジグ、余分の接着剤、下塗剤、シーラント、および混合パッドを含む、さらなる成分を含む。

【0075】

今開示する物品の使用方法は、歯列矯正プラケットを剥離基材から分離することを含み、該少なくとも2液型接着剤の第1液は、好ましくは、該歯列矯正プラケットの基部上に残る。該少なくとも2液型接着剤の第2液は、開業医が、歯の表面に塗布することが好ましいが、該少なくとも2液型接着剤の第2液は、開業医が、該歯列矯正プラケット上の第1液に塗布してもよい。次いで、該歯列矯正プラケットを歯表面に当て、接着剤が歯の表面と密接に接触するように、開業医は適所に配置する。適所に配置され、接着剤の2液が密接に接触したら、該接着剤は硬化し、歯列矯正プラケットを歯に結合する。場合により、歯の表面をエッティングして乾燥させてから、接着剤被覆プラケットを歯に接着してもよい。
20

【0076】

好ましくは、2液型接着剤の第1液約1gを2液型接着剤の第2液約0.3gと混合するとき、該接着剤は、室温で約15～約50秒で硬化する。硬化は、鋭敏なプローブで接着剤混合物を精査することによって測定することができる。プローブで手圧をかけて、接着剤がへこまないとき、接着剤は硬化している。
30

【0077】

好ましくは、2液を塗布して硬化した後、プラケットは、少なくとも約7MPa、より好ましくは少なくとも約9MPa、最も好ましくは少なくとも約11MPaの結合強さで、歯に結合される。好ましくは、接着剤が硬化した後、該プラケットは、多くても約25MPaの結合強さで、歯に結合される。

【0078】

本発明を以下の実施例で説明する。当然のことながら、個々の実施例、材料、量、および手順は、本明細書に記載の発明の範囲および精神に従って、広く解釈すべきである。
40

【実施例】**【0079】**

以下の実施例は、説明するために示すのであって、本発明の範囲を制限するためではない。特に指示がない限り、全ての部およびパーセンテージは重量基準であり、また全ての分子量は重量平均分子量である。明記されていなければ、使用される全ての化学薬品は、たとえば、ミズーリ州セント・ルイスにあるシグマ・アルドリッヂ(Sigma-Aldrich, St. Louis, MO)から市販されている。

【0080】

【表1】

材料の略語、説明、および発売元

BisGMA	2, 2-ビス[4-(2-ヒドロキシ-3-メタクリロイルオキシプロポキシ)フェニル]プロパン(CAS No. 1565-94-2)	
TegDMA	トリエチレングリコールジメタクリレート(CAS No. 109-16-0)	
BisEMA	SR348 という商品名で、ペンシルバニア州エクストンにあるサトマー(Sartomer, Exton, PA)から販売されている、2-モルエトキシリ化ビスフェノールAジメタクリレート	10
DHEPT	N, N-ビス-(2-ヒドロキシエチル)-p-トルイジン(CAS No. 3077-12-1)	
BHT	2, 6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェノール(シグマ・アルドリッヂ(Sigma-Aldrich))	
BPO	ベンゾイルペルオキシド(CAS No. 94-36-0)	
TS720	ヒュームド(焼成)シリカ；ジメチルシリコーン流体で表面処理済；表面積約105～約130m ² /g(CAB-O-SIL TS720、マサチューセツ州ボストンにあるキャボット・コーポレーション(Cabot Corp. Boston, MA))	
R-972	ヒュームド(焼成)シリカ；ジメチルジクロロシランで表面処理済；表面積約90～約130m ² /g(エアロジル(AEROSIL) R-972、オハイオ州アクロンにあるデグッサ・コーポレーション(Degussa Corp., Akron, OH))	20
R-974	ヒュームド(焼成)シリカ；ジメチルジクロロシランで表面処理済；表面積約150～約190m ² /g(エアロジル(AEROSIL) R-974、オハイオ州アクロンにあるデグッサ・コーポレーション(Degussa Corp., Akron, OH))	
IMSIL A10	石英(微晶質シリカ)フィラー、イリノイ州エルコにあるユニミム・スペシャルティ・ミネラルズ(Unimim Specialty Minerals(Elco, IL))	
コンサイス(CONCISE)	石英98.5%およびエアロジル(Aerosil)R972 1.5%のシラン化混合物。フィラーは、約2.20～約2.97m ² /gの表面積、および<40ミクロン(87.56%)、<10ミクロン(43.57%)、および<1ミクロン(5.19%)粒度分布を有する。ミネソタ州セントポールにあるスリーエム・エスペ(3M Espe, St. Paul, MN)	30
A174	γ-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、コネティカット州ダンベリーにあるウイトコ・オシ・スペシャルティーズ(Witco Osi Specialties, Danbury, CT)	
PMMA	ポリ(メチルメタクリレート)、無ベンゾイルペルオキシド(CAS No. 9011-14-7)	

【0081】

テスト方法

静的降伏応力および定常状態粘度

接着剤テストサンプルの降伏応力および粘度の測定は、レオメトリックスARES制御歪レオメーター(Rheometrics ARES controlled strain rheometer)(ニュージャージー州ピスカタウェイ、アドバンスト・レオメトリック・イクスパンジョン・システム、レオメトリック・サイエンティフィック・インク(Advanced Rheometric Expansion System, Rheometric Scientific, Inc., Piscataway, NJ))を用いて実施した。このレオメーターに直径25mmの並行なプレートを取り付けた

。環境室は、設備のすぐ近くの温度およびサンプルを28に維持した。2枚のスコッチパック(SCOTCHPAK)1022剥離ライナー(スリーエム・カンパニー(3M Company))の間で、サンプルを押して、厚さおよそ2.5mm、直径少なくとも25mmにすることにより、測定の少なくとも24時間前に接着剤サンプルを調製した。

【0082】

剥離ライナーからの移動を容易にするためにスパーテルを使用して、これらのサンプルを、レオメーターの下方のプレートに載せた。接着剤サンプルと接触するまで、上方のプレートを下げた。次いで環境室を閉じ、2.2mmの間隔までプレートを自動的に接近させるように、レオメーターを設定した。次いで環境室を開け、かみそりの刃を使用して、プレートの縁から余分の接着剤を取り除いた。次いで環境室を再び閉じ、2.0mmの間隔までプレートを自動的に接近させるように、レオメーターを設定した。

10

【0083】

環境室を閉じた後、温度を28で安定化させるために10分間待機するように、レオメーターをプログラム化してから、測定を開始した。次いで、接着剤サンプルを0.01秒⁻¹の剪断速度で30秒間剪断し、続いて0.1秒⁻¹で4.5分間剪断するように、レオメーターをプログラム化した。これらの各期間中に、レオメーターが応力測定値を収集した。

【0084】

接着剤サンプルの降伏応力を、応力対時間の曲線が初期直線状軌道から外れるポイントであると定義した。実際には、これは、応力対時間曲線の接線を作図することにより決定した。次いで、この接線を0.06秒だけ右に移動させ、応力対時間曲線との切片を決定した。直線性から外れるポイントに非常に近い、この切片を、静的降伏応力として(または弾性変形から粘弾性流への移行として)定義し、接着剤サンプルごとにダイン/cm²として報告した。報告の値は、そのサンプルの1回の測定によった。

20

【0085】

接着剤サンプルは、一定の剪断速度下で粘度が経時に変化することを意味する、搖変性であった。したがって、接着剤サンプルの粘度を、剪断下で所定の時間後に測定される粘度として定義した。この時間は、降伏応力を乗り越えるように選択した。0.1秒⁻¹の剪断速度下、28で3.5分という期間を選択したが、その時までに、測定された接着剤サンプルの全てが、降伏を十分に越えたためであった。結果は、定常状態粘度値として(1回の素測定で)、Pa·s(パスカル·秒(Pascal-second))という単位で報告した。

30

【0086】

接着剤／プラケット流出

接着剤／プラケット流出テストを使用して、「流出」と呼ばれる現象である、接着剤が歯列矯正プラケットの下のライナー上を流れる傾向を決定した。このテストで、ある接着剤が、ある特定のライナー上で流出を示す場合、該接着剤は、プラケット上に予め被覆され、かつ同一ライナーで覆われた接着剤を含むプリスター・パッケージ内で流出すると考えられるであろう。流出により、接着剤プレコート型プラケットがライナーから外れるため、プラケット基部から離れた接着剤が糸を引くようになる可能性がある。この結果、接着剤プレコート型プラケットを歯上に留置する前に、接着剤パッド(または台)の形状に調整しなければならない開業医にとって、難儀の原因になるに可能性がある。最悪の場合には、流出は、ライナーから接着剤が完全に剥離するのを妨げ、それによって、プレコート型プラケットから接着剤が分離することさえある。

40

【0087】

シリングで塗布することによって、スコッチパック(SCOTCHPAK)1022剥離ライナー(スリーエム・カンパニー(3M Company))上に、接着剤をライナーと接触させて置かれた接着剤約8mgで、ミニ・ツイン・Vスロット・プラケット(Mini Twin V-slot bracket)(スリーエム・ユニテック(3M Unitek)から注文番号017-333または017-334で販売されている)を

50

被覆し、40のオープン内に1週間入れておいた。（試験の時間および温度は、テストサンプルによって様々であった。）オープン内でブラケットを水平に保つために両面粘着テープでボール紙にしっかりとつけたライナーに、該接着剤プレコート型ブラケットを載せた。テスト開始時に、確実に、ブラケット基部を越えて接着剤が見えないように、特別に用心した。1週間（または他の予め決定された時間）後、RAMオプティカル・インストゥルメンテーション（RAM Optical Instrumentation）（カリフォルニア州ハンティントン・ビーチにあるRAM・オプティカル・インストゥルメンテーションから販売されている、オートマップXYZ測定ソフトウェア付オミス・ミニ（Omis Mini with AutoMap XYZ measurement software, RAM Optical Instrumentation, Huntington Beach, CA）を使用して、ブラケット基部を越えた接着剤流出を測定した。各ブラケット基部の最悪の辺（すなわち、最大流出）のみについて流出値を測定し（ブラケット基部の4辺のそれぞれの流出平均をとるのではなく）、各報告値は、少なくとも3つの接着剤プレコート型ブラケットサンプルの平均であった。約0.01インチ（約0.25mm）の流出は、肉眼で辛うじて検出できた；しかし、0.02インチ（約0.51mm）は、肉眼で容易に検出でき、結果として剥離ライナーからの接着剤分離の問題になった。

【0088】

接着剤／ブラケット鉛直スリップ

接着剤／ブラケット鉛直スリップテスト方法は、ブリスター・パッケージ内の、特定の接着剤組成物を使用した接着剤プレコート型ブラケットが、特定の剥離ライナー上でスリップするかどうかを決定するために開発された。このテストで、ある接着剤が、ある特定のライナー上で滑りを示す場合、該接着剤は、ブラケット上に予め塗布され、かつ同一ライナーで覆われた接着剤が入ったブリスター・パッケージ内で（たとえば、顧客への輸送中に）、スリップすると考えられる。最悪の場合には、該接着剤プレコート型ブラケットは、ライナーから完全に滑り落ち、製品の機能性を破壊することがある。あるいは、接着剤プレコート型ブラケットがパッケージ内で回転し、その結果、開業医が歯上にブラケットを留置するのに不適切な位置になる可能性がある。

【0089】

スリーエム・ユニテック・ミニ・ツインV-スロット（3M Unitek Mini Twin V-slot）（注文番号017-333または017-334）またはバッカルチューブ（注文番号067-8033）またはピクトリー・シリーズ（Pictry Series）（注文番号017-401）ブラケットを、シリنجにより、接着剤約8mg（接着剤約16mgで被覆したバッカルチューブを除く）で被覆した。接着剤プレコート型ブラケットを、ミニセル（MINICEL）M200フォーム・ライナー（マサチューセッツ州ローレンスにある、ボルテック・コーポレーション、セキスイ・アメリカ事業部（Voltek Corp, Division of Sekisui America, Lawrence, MA）に載せた。接着剤プレコート型ブラケットを含む各ライナーを、両面粘着テープで1枚のボール紙にしっかりとつけた。テスト開始時に、確実に、ブラケット基部を越えて接着剤が見えないように、特別に用心した。滑りの正確な距離を確実に測定するために、ブラケットの上端付近に「スタートライン」を引いた。ブラケットを含むボール紙を、（所定の温度、一般に40または50に設定された）オープン内に、所定の期間（一般に3~14日間）、垂直に保った。ライナー上の、接着剤被覆ブラケットの滑りを、ブラケット基部の上端を越える流出として測定し、また先のテストで記載の通りに、RAMオプティカル・インストゥルメンテーション（RAM Optical Instrumentation）を使用して測定した。報告した滑り値（mm）は、テスト当たり少なくとも3つの接着剤プレコート型ブラケットサンプルの平均であった。

【0090】

材料および調製

10

20

30

40

50

石英フィラーのシラン化

シラン化するIMSIL A-10（イリノイ州エルコにあるユニミン・スペシャルティ・ミネラルズ・インク（Unimin Specialty Minerals, Inc. Elco, IL）と同量の蒸留水を、HDPEドラム内に入れた。冰酢酸を使用して、pHを3.0～3.5に調整した。非金属ミキサーを使用して、この溶液を連続的に攪拌した。高速で攪拌しながら、シランA-174を水に加えた。シランの量は、処理すべきIMSILの5.25%であった。混合を、45～50分間続けた。ミキサーの渦に、IMSILを徐々に加えた。全てのIMSILを加えた後、攪拌を2～2.5時間続けた。ミキサーを外し、容器を覆い、IMSILを沈殿させた。IMSILが沈殿した後、液体を傾瀉した。湿ったIMSILを浅いガラス皿に入れ、乾燥するまで、40のオープン内に数日間入れた。温度を120に上げ、乾燥した材料を、16～24時間加熱した。この材料を室温まで冷却させた。乾燥材料を目の細かいナイロン・スクリーンにかけた。

【0091】

実施例1

下記の成分を配合することによって、2液型接着剤の第1液を作製した。

【0092】

【表2】

表1：第1液处方（重量%）

	実施例1 (第1液)
TegDMA	14.65
BisGMA	18.10
BPO	0.98
BHT	0.069
シラン化IMSIL	57.2
エアロジル(Aerosil) R972	8.00
Cab-O-Sil TS-720	1.00

20

【0093】

下記の一般的手順に従って、第1液を調製した。予め計量したBisGMAを冷蔵庫から取り出し、室温まで温めさせた。TegDMAを別の容器に計り入れた。BisGMA容器およびTegDMA容器を、約45～約55に予熱したオープン内に、約2～3時間入れた。次いで、手で攪拌しながら、TegDMAをBisGMAに注ぎ入れた。均一な溶液が得られた後、この材料を約30未満に冷却した。計量したBPOおよびBHTをこの材料に加え、均一な溶液が得られるまで、この材料を少なくとも4時間攪拌した。

【0094】

次いで、この材料を、風袋を測定したホバートミキシング・ボウルに移した。エアロジル(Aerosil) R972をこのボウルに計り入れ、計量したシラン化IMSILをエアロジル(Aerosil)および樹脂混合物の上に振りかけた。均一な混合物が得られるまで、ボウルの側面から材料をばらばらにしながら、この材料を、低速または中速で少なくとも75分間混合した。IMSILおよびエアロジル(Aerosil)をミキサーに加えた直後に混合を開始した。次いで、最少量のCab-O-Sil TS720をミキシング・ボウルに加え、均一な混合物が得られるまで、最低の速度で攪拌した。材料の粘度を高めるために、さらにCab-O-Silを加えてよい。

【0095】

下記の成分を配合することによって、2液型接着剤の第2液を作製した。

40

50

【0096】

【表3】

表2：第2液処方（重量%）

	実施例1 (第2液)
BisGMA	9.5
TegDMA	76.9
DHEPT	10.0
A174	1.12
PMMA	2.5

10

【0097】

下記の一般的手順に従って第2液を調製した。1回分の全量を収容するのに十分な容器に入れた、予め計量した BisGMA を冷蔵保存から取り出し、室温まで温めさせた。TegDMA を別の容器に計り入れた。両容器を、45～約55に予熱したオープン内に、約2～3時間入れた。次いで、手で攪拌しながら、TegDMA を BisGMA に注ぎ入れた。次いで、機械的攪拌を開始し、温度が約50～55になるまで、容器をホットプレートで加熱した。

20

【0098】

温度が50に到達し、全ての BisGMA が溶解した後、計量したDHEPTおよびA174を加えた。それらが完全に溶解したら、調合物総量の2.5%と同量のPMMAを容器に加えた。温度を、50～55に維持しながら、この混合物を少なくとも2時間攪拌した。次いで、この容器を、約45～約55に予熱したオープン内に入れ、透き通るまで、約15～約20時間、硬化させた。次いで、この混合物を室温まで冷却させた。

20

【0099】

比較例1

下記の成分を配合することにより、比較用2液型接着剤の第1液を作製した。

30

【0100】

【表4】

表3：比較用第1液処方（重量%）

	比較例1 (第1液)
BisEMA	34.81
BisGMA	54.27
BPO	2.97
BHT	1.00
エアロジル (Aerosil) R974	6.93

40

【0101】

下記の一般的手順に従って、比較用第1液を調製した。BisEMA (7.03g)をミキシング・カップに入れた。BHT (0.203g)をカップに計り入れた。次いで、このカップを、遠心ミキサー（ブラックテック・インクから販売されているスピード・ミキサー D A C 1 5 0 F V Z (S P E E D M I X E R D A C 1 5 0 F V Z , F l a c k T e c h , I n c .)）に入れ、3000回転/分(rpm)で2分間回転させた。B

50

H T が完全に溶解していなかったため、このカップを 3 0 0 0 r p m でさらに 2 分間回転させた。B H T は未だ完全に溶解していなかったため、このカップを、5 0 のオープン内に 1 0 分間入れた。3 0 0 0 r p m で 2 分間回転させた後、B H T は溶解していた。

【 0 1 0 2 】

B P O (0 . 6 0 0 8 g) をカップに計り入れた。3 0 0 0 r p m で 2 分間回転させ、この粉末を樹脂全体に分散させた。次いで、B P O を溶解させるために、このペーストを 4 0 に温め、マグネティック・スターバー (s t i r b a r) で一晩攪拌した。B i s G M A (1 0 . 9 6 g) を、このカップに計り入れた。カップを 5 0 のオープン内に 3 0 分間入れ、次いで、ホットプレート上で、マグネティック・スターバーで混合した。エアロジル (A e r o s i l) R 9 7 4 (1 . 3 9 9 5 g) を、このカップに加え、続いて、3 0 0 0 r p m で 2 分間回転させた。目視検査は、このペーストが極めて均一であることを示した。
10

【 0 1 0 3 】

下記の成分を配合することにより、2 液型接着剤の比較用第 2 液を作製した。

【 0 1 0 4 】

【表 5】

表 4 : 比較用第 2 液処方 (重量%)

	比較例 1 (第 2 液)
BisGMA	63.70
TegDMA	27.22
DHEPT	2.72
エアロジル (Aerosil) R974	6.35

20

【 0 1 0 5 】

下記の一般的手順に従って、比較用第 2 液を調製した。T e g D M A (6 . 0 0 g) をミキシング・カップに計り入れた。D H E P T (0 . 6 0 0 5 g) をこのカップに加えた。次いで、D H E P T を溶解するために、この混合物を 4 0 に温め、マグネティック・スターバーで一晩攪拌した。B i s G M A (1 4 . 0 4 g) を、このカップに加えた。次いで、カップを、5 0 のオープン内に 3 0 分間入れた。エアロジル (A e r o s i l) R 9 7 4 (1 . 4 0 0 g) をカップに加えた。3 0 0 0 r p m で 2 分間回転させて、均一な混合物を得た。
30

【 0 1 0 6 】

実施例 2 : 結合強さ

下記の手順を使用し、2 液型接着剤を使用して、プラケットをウシ歯に結合した。唇側面が露出するように、ウシ歯をアクリル義歯床材料にはめ込んだ。はめ込まれた歯を、水中に軽石を含むスラリーで掃除した。次いで、この歯を、トランスボンド (T r a n s b o n d) X T エッチング・ゲル (スリーエム・ユニテック (3 M U n i t e k)) で、1 本につき 1 5 秒間エッチングしてから、水ですすいだ。次いで、油を含まない圧縮空気で歯を乾燥させ、十分なエッチング処理を示すチョークのように白いテクスチャーの存在を保証するために、検査した。2 液型接着剤の第 1 液を、シリソル (V I C T O R Y S E R I E S) 注文番号 0 1 7 - 4 0 1 (または同等物) 上顎中プラケット (スリーエム・ユニテック (3 M U n i t e k)) の接着用基部に塗布した。2 液型接着剤の第 2 液を、各歯の表面に塗った。各プラケットを、歯の適所に押し付けた。接着用基部の周囲から、余分のはみ出しを取り除いた。結合したプラケットを室温で 1 0 分間放置してから、3 7 の水に 2 4 時間沈めた。結合したプラケットを水から取り出し、歯肉結合ウィングを、インストロン (I n s t r o n) 4 2 0 4 試験機に付いてい
40

50

るテスト取付具に垂直向きに取り付けた。咬合結合ウィングの下に、直径0.020インチの標準的な丸いワイヤーを巻きつけ、試験機のクロスヘッドに結び付けた。ワイヤーをぴったり合わせるためにクロスヘッドを移動させた後、ブラケットが剥離するまで、5m / 分で移動するように設定した。最大の力（ポンドの単位で）を、ブラケットごとに結合強さとして記録し、報告値は異なる接着剤被覆ブラケット10個を使用した10回の測定の平均値であった。次いでこの平均値を接着用基部面積（10.9mm²）で割り、4.4を掛けることによって、MPaの単位に変換した。

【0107】

実施例1の第1液および第2液を使用すると、結果として15.5 MPaという結合強さを得た。比較例1の第1液および第2液を使用すると、結果として2.8 MPaという結合強さを得た。結合強さデータから分かるように、比較例1は、はるかに低い結合強さをもたらした。剥離後の歯の定性的検査は、ブラケットの下の比較例1ペーストは未だ柔らかいことを示し、十分に硬化していないことが分かった。結合中、比較例1の2液型接着剤の第1液および第2液は非常にべたべたしており、作業しにくいことが判明した。余分を接着用基部の周囲から除去する際に、ペーストの一部が結合ウィング上にこびりつく傾向があった。

【0108】

実施例3：双頭歯ブラケットの結合強さ

下記の手順を使用して、より高粘度の断面接着剤の結合強さを測定するために、双頭歯ブラケット（たとえば、湾曲した基部を有する）を、ウシ歯に結合した。ウシ歯（20）を軽石でこすり、すぎ、乾燥させた。次いで、この歯を37%リン酸で15秒間エッティングし、すぎ、乾燥させた。全ての歯に、実施例1、2液型接着剤の第2液のライトコートを下塗りした。ブラケット10個には、実施例1、2液型接着剤の第2液のライトコートを下塗りし、ブラケット10個には下塗りしなかった。少量の実施例1、2液型接着剤の第1液を各ブラケットに塗布した。このブラケットをウシ歯に載せ、はみ出しを取り除き、5分後に、この歯を37°の水中に24時間時間入れた。実施例2に記載の通りに結合強さをテストした。

【0109】

下塗りしなかったブラケットは、結果として17 MPaという結合強さを生じた。下塗りしたブラケットは、結果として20 MPaという結合強さを生じた。下塗りしなかったブラケットの結合強さから、2液型接着剤の第1液は、プレコート型ブラケット用として使用するのに適することが示唆される。

【0110】

実施例4：パッケージ化

予め被覆された接着剤をパッケージ化するための要件の幾つかは、接着剤が装置を支持すること、パッケージから取り出したときに接着剤が接着用基部上に残ること、および数年間保存した後、接着剤が依然として有効であることをパッケージが保証することである。

【0111】

パッカルチューブの支持における、実施例1および比較例1、2液型接着剤の性能をテストした。ポリ塩化ビニル（PVC）のシート上に置いたとき、比較例1ペーストは、パッカルチューブの下から容易に流出したが、実施例1ペーストは流出しなかった。

【0112】

さらに、比較例1ペーストで被覆したブラケットをPVC基材から外すとき、接着剤の多くが後に残ったが、実施例1ペーストは、フォーム基材からきれいに外れた。

【0113】

ビクトリー・シリーズ（VICTORY SERIES）068-8522パッカルチューブ20個に、実施例1の第1液サンプルを手で塗り、ミニセル（Minicell）M200フォーム・ライナーのサンプル上に置いた。サンプルの一部を、室温で1週間、実験台上に垂直に置いた。フォーム・ライナー材料上のブラケットおよび接着剤の最小の

10

20

30

40

50

滑りを観測した。さらなるサンプルを、室温で1週間、実験台上に水平に置いた。プラケットの下からの接着剤の最小限の流れを観測した。コットンプライヤーを使用して、全ての上記バックカルチューブをフォームから外した。いかなる場合にも、接着剤はプラケット上に残り、接着剤がフォーム・ライナーから申し分なく剥離することが分かる。

【0114】

予め被覆された実施例1の第1液サンプルを、高い温度(40)で、最高16週間保存したが、結合効力にほとんどまたは全く影響しなかった。この処理の後、ペーストは依然として12.6 MPaという結合強さを示した。

【0115】

前述の詳細な説明および実施例は、明確に理解するために示したに過ぎない。不要な制限をそれから考えるべきではない。本発明は、表示および記載されている正確な詳細に限定されない。当業者に明白な変更は、特許請求の範囲によって明確に規定される本発明の中に含まれる。10

【図面の簡単な説明】

【0116】

【図1】歯列矯正装置を含む先行技術アセンブリの側面断面図である。

【図2】歯列矯正装置を含む先行技術アセンブリの断面図である。

【図3】本発明の一実施形態による歯列矯正物品の斜視図である。

【図1】

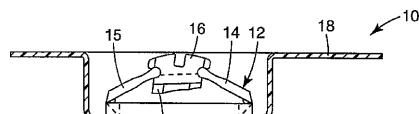


Fig. 1

【図2】

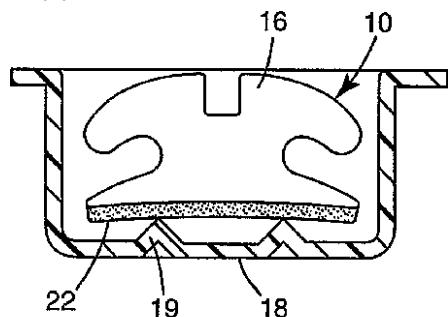


Fig. 2

【図3】

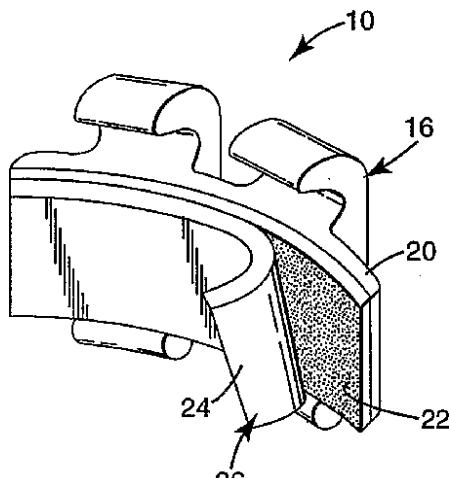


Fig. 3

フロントページの続き

(74)代理人 100082898

弁理士 西山 雅也

(72)発明者 シネイダー, デイビッド ケー.

アメリカ合衆国, ミネソタ 55133-3427, セント ポール, ポスト オフィス ボック
ス 33427

(72)発明者 ブレナン, ジョーン ブイ.

アメリカ合衆国, ミネソタ 55133-3427, セント ポール, ポスト オフィス ボック
ス 33427

審査官 川島 徹

(56)参考文献 米国特許第05221202(US, A)

国際公開第00/069395(WO, A1)

国際公開第01/008586(WO, A1)

特開昭54-071131(JP, A)

特開平02-265541(JP, A)

特表平06-509257(JP, A)

特開平11-080593(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

A61C 7/14

A61C 7/00

A61C 7/28