

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5455378号  
(P5455378)

(45) 発行日 平成26年3月26日(2014.3.26)

(24) 登録日 平成26年1月17日(2014.1.17)

(51) Int. Cl.		F I			
<b>A 6 1 K</b>	<b>6/083</b>	<b>(2006.01)</b>	<b>A 6 1 K</b>	<b>6/083</b>	<b>5 0 0</b>
<b>A 6 1 C</b>	<b>13/087</b>	<b>(2006.01)</b>	<b>A 6 1 C</b>	<b>13/087</b>	

請求項の数 7 (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願2008-557726 (P2008-557726)	(73) 特許権者	506255658
(86) (22) 出願日	平成19年3月2日(2007.3.2)		イボクラー ビバデント アクチエンゲゼル ルシャフト
(65) 公表番号	特表2009-529021 (P2009-529021A)		Ivoclar Vivadent AG
(43) 公表日	平成21年8月13日(2009.8.13)		リヒテンシュタイン国 シャーン ベンデ ラーシュトラーセ 2
(86) 国際出願番号	PCT/EP2007/051975		Bendererstrasse 2,
(87) 国際公開番号	W02007/099158		CH-9494 Schaan, Lie chtenstein
(87) 国際公開日	平成19年9月7日(2007.9.7)	(74) 代理人	100114890
審査請求日	平成22年2月5日(2010.2.5)		弁理士 アインゼル・フェリックス＝ライ ンハルト
(31) 優先権主張番号	102006010075.1	(74) 代理人	100099483
(32) 優先日	平成18年3月4日(2006.3.4)		弁理士 久野 琢也
(33) 優先権主張国	ドイツ(DE)		
前置審査			

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 歯科分野で使用可能なプラスチック成形部材を製造するための材料

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

歯科補綴を製造するための方法であって、

開始剤系は活性剤と開始剤からの組み合わせの形で、空間的に分離された形で存在し、  
以下の工程：

A) 液体の形の少なくとも1種の重合可能な成分、および

B) 少なくとも1種の開始剤を減感された形態で含有する粉末成分

を混合して、注入の間に分離を起こさない粘稠度を有するペーストを作製する工程、

前記ペーストをリザーバーからキュベットに注入する工程、

加熱によって前記混合物を重合させる工程、

を有し、

前記活性剤は、重合可能な成分中に存在し、

前記粉末成分中での前記開始剤の減感は、パールポリマー中でカプセル化によって行い、

、

前記キュベット内での前記混合物の加熱は、温度上昇が「温度前線」の形で起こるよう  
に行い、当該温度前線は、重合されていない前記混合物を有するリザーバーとは反対側の  
キュベットで始まり、キュベット内で重合を開始させ、

前記重合を、30 ～ 50 の範囲で選択的に熱を導入することにより制御し、

重合により引き起こされる収縮は、重合されていない補綴材料をキュベット内へ再加圧  
することにより調整される、前記方法。

10

20

## 【請求項 2】

前記混合を 5 ~ 10 分行うことを特徴とする、請求項 1 に記載の方法。

## 【請求項 3】

前記重合可能な成分 A が (メタ) アクリレートであることを特徴とする、請求項 1 又は 2 に記載の方法。

## 【請求項 4】

前記パールポリマーが成分 A 中で膨潤性であることを特徴とする、請求項 1 から 3 までのいずれか 1 項に記載の方法。

## 【請求項 5】

前記パールポリマーが、(メタ) アクリレートを含むことを特徴とする、請求項 1 から 4 までのいずれか 1 項に記載の方法。

10

## 【請求項 6】

前記開始剤として、常温硬化用又は熱硬化用の開始剤を用いることを特徴とする、請求項 1 から 5 までのいずれか 1 項に記載の方法。

## 【請求項 7】

前記開始剤が、常温硬化開始剤であることを特徴とする、請求項 1 から 5 までのいずれか 1 項に記載の方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

20

本発明は、歯科分野で使用可能なプラスチック成形部材、とりわけ歯科補綴を製造する材料、およびそれらの使用に関する。

## 【0002】

長年にわたって、歯科補綴を製造することができる様々な材料、および方式が開発されてきた。

## 【0003】

重合の実施のために適用される温度に関しては、熱硬化系、および常温硬化系の間で異なる。両系の境界は、ISO 1567 : 2000 により 65 に規定されている。分類のためのさらなる可能性は、用意されたキュベットへの、重合可能な補綴材料の導入方法である。この際、いわゆる注入法が特に有利である。

30

## 【0004】

出発材料に関しては、一方では広く普及している粉末 - 液体系において、他方では 1 成分系において、さらなる区分が行われる。粉末 - 液体系はこの際、絶対的に優勢であり、かつ 1 のモノマー混合物 (主としてメチル (メタ) アクリレート)、およびほとんどの場合メチル (メタ) アクリレートのホモポリマー、またはコポリマーから成るポリマーからの粉末から成り、かつその上さらなる充填材、および着色顔料を含むことができる。

## 【0005】

両方の場合において必要となる、重合のための開始剤系は、基本的に常に成分中に含まれている。自己硬化系においてはたいいてい、開始剤系が両方の成分 (粉末と液体) に分散されており、かつ成分の混合の際に一緒になる。混合物が製造されると、硬化が行われるまで一定の取り扱い時間しか残らない。この硬化はほとんどの化学反応において公知なように、温度の上昇によって短縮することができる。熱硬化系においては、開始剤はたいいていポリマー成分中に含まれ、かつ混合後にモノマー母材中に分散される。この熱硬化系の活性化、ならびにたいいてい過酸化物を含む一成分系の活性化もまた、ほとんどエネルギー供給 (加熱、マイクロ波エネルギーなど) によって行われる。

40

## 【0006】

これまでに様々な注入法が公知になっているが、それらは今なお一連の欠点を有している。

## 【0007】

熱可塑性注入法は、プラスチック射出成形の場合と似て、通常は架橋不能な熱可塑性プ

50

ラスチックを加工し、該プラスチックをそのプラスチックの軟化点以上でキュベットに注入する。架橋していないことによって、機械的および化学的特性が多くの場合不十分であり、結果としてこの方法は一度も実施されたことがない。

【0008】

広く普及された注入技術の方式は、常温硬化性補綴プラスチックの加工であり、この場合 Schuetz Dental 社と Kulzer 社の補綴方法が主流である。これらの方法の欠点は、この場合自己活性化開始剤系を使用することであり、該系は補綴材料内で均一に作用し、かつほとんどの熱が発生するその場所で、最速で進行する。この場合、重合の際に生じる体積収縮を補償することは不可能であり、その結果しばしば、患者の容態に応じた補綴の適合の際、後処理が必要になる。しかしながらこれらの方法の利点は、比較的短い工程時間である。

10

【0009】

近年開発された方式、もしくは方法改善もまた、問題の低減につながっているだけであり、実際に問題を解決することはできない。

【0010】

熱硬化性補綴材料の加工においては、重合は温度上昇により誘発される。これらの材料の加工における利点は、高いモノマー反応率、ひいては僅少な残留モノマー、および補綴の高い化学的安定性に見られるが、工程時間は明らかに比較的長く、かつ適合精度は、しばしば比較的悪い。

【0011】

最も進んだ方法は、Ivoclar Vivadent AG の Ivocap 法（同様に熱硬化法）であり、該方法は必ず生じる化学的重合収縮を実質的に完全に補償することができる。これは重合の間の適切な熱供給、ならびにまだ重合されていない材料の高い注入圧によって保証されるものである。重合された成形部材を室温で冷却する際に起こる熱収縮のみはこの場合補償することができない。

20

【0012】

DE 9 40 4 9 3 より、(メタ)アクリレートベースの 2 のパールポリマーの組成物が公知である。この組成物の課題は、混練特性、および加工特性を有利に変更することである。この目的は、混練物 (Teig) を可能な限り素早く可塑性の混練可能な状態にすることによって達成され、こうして混練物を接着性無しでキュベットに導入することができる。

30

【0013】

DE 2 40 8 6 4 0 からは、(メタ)アクリレートベースの注型プラスチックによる、収縮問題の解決が提案されている。この際生じる、モノマーの著しい重合収縮は、混合物内のモノマー相割合の減少によって低下させるのが望ましい。これは、モノマーに部分的にモノマーに溶解する固体を添加することによって達成される。秤量された粒径分布はその上、個々の充填材の、もしくはポリマーパールの間隙を減少させ、かつこうして可能な限り僅少なモノマー含有率において最適な流れ特性を可能にする。開始剤もしくは補助開始剤は系内で遊離して存在する。従ってそれらは、極めて反応性であり、かつ熱的に制御される重合には適していない。

40

【0014】

公開公報 DE 1 9 9 4 1 8 2 9 A 1 から、安定的な、レオロジー特性においてはそれ以上変更不能な混合物によって特徴付けられる、2 成分から成るペースト - ペースト系は公知である。ポリマーもしくは充填材はモノマー相中で膨潤しない。このような混合物の場合に不利なのは、充填材と母材の間の結合が存在せず、かつ開始剤を含有する混合物の貯蔵安定性が不十分なことである。

【0015】

DE 1 9 7 0 6 0 6 4 A 1 より、熱硬化性の、充填 / プレス技術において加工可能な歯科用の 1 成分材料は公知である。この材料はメチル (メタ) アクリレートを含まず、一定の残留過酸化物含分を有する PMMA のパールポリマーを充填材として含む、他の公知の

50

多官能性の(メタ)アクリレートモノマーを含む。これらは膨潤し、加工可能な混練物をもたらす。ただしこれらのペーストは、パールポリマーがそれらの製造工程よりなお過酸化物の残留含分を有するので、貯蔵安定性ではない。従ってこの公開公報の実施例においてはさらに希釈し、ペーストを反応性が高すぎないようにし、かつ貯蔵安定性をそれ以上減少させないようにする。

【0016】

DE2312934より、二成分の熱重合体のための注入法は公知である。重合の直前に混合された過酸化物を含む混練物を型に注入する。水浴内でキュベットの形状部を介して制御しながら温度をキュベット内部に伝達し、その場所で熱により重合反応は比較的高い温度で開始される。しかしながら、この方式を用いて自己重合する材料を加工することはできない。

10

【0017】

DE2403211より、歯科用の複合材料のための無機マイクロフィラーは公知である。この材料は充填ペーストと歯科用ペーストのための使用に好適である。補綴用プラスチックもまた、周道的に言及されている。

【0018】

DE64049322より、(メタ)アクリル酸エステルとそれらの混合ポリマーから成るパールポリマーからの混合物は公知である。この明細書によれば、このパールポリマーの混合物の使用により、加工特性を明らかに改善することができる。しかしながら、自己重合工程はこの引用から公知ではない。

20

【0019】

US5,154,762は、2成分から成る医療用または歯科用セメントを記載している。これら二つの成分は、その都度マイクロカプセル化されていることもできる、その都度レドックス系の成分を含む。これによって双方のセメント成分の貯蔵安定性を高める。双方のマイクロカプセル化された成分の少なくとも一方は、この際有利には水溶性である。

【0020】

DE10137968A1より、2成分系ベースの歯科用充填材料は公知である。この場合、高沸点性のメタクリレートベースの反応樹脂内で歯科用充填材が使用される。

【0021】

DE1544924A1より、ポリマーパールにおいて過酸化物を使用することは公知である。ただし過酸化物は、モノマーの添加によって初めて活性剤のために利用可能になる。

30

【0022】

DE10355992A1、DE19841342A1、およびDE10339329A1より、開始剤を減感させることはさらに公知である。ただしこの減感は化学的手法を用いて行われる。例えばこのためにフタル酸エステルが使用される。結果的にこのことは、歯科用目的には不十分な品質を有するポリマーにつながる。

【0023】

従って本発明の課題は、常温重合(低い重合温度、僅少な熱収縮、短い工程時間)の利点を、これまでの注入法の優れた特性(歯への良好な接着性、重合収縮の実質的に完全な補償、高い表面特性、および良好な臨床的安定性)と結びつける方式を提供することである。

40

【0024】

この課題は、  
A) 少なくとも1の重合可能な成分、および  
B) 減感された形での、少なくとも1の開始剤  
を含む、歯科分野において使用可能なプラスチック成形部材を製造するための材料によって解決される。

【0025】

50

成分 A のための材料として実用的には、歯科技術、とりわけ補綴の製造に適しているすべてのモノマーが考慮される。特に好ましくは、(メタ)アクリラートの使用、極めて特に好ましくは、メチルメタクリラートの使用である。

【0026】

成分 B 中には好ましくは、好適には複数の成分から成る開始剤系が含まれている。これらは、複数の開始剤、または複数の活性剤であることもできる。同様に、開始剤と活性剤とからなる混合物であることも可能である。特に好ましい実施形態において開始剤系は、空間的に分離された形での、活性剤と開始剤からの組み合わせの形で存在する。特に好ましくはこの際、少なくとも 1 の活性剤、および少なくとも 1 の開始剤を含む開始剤系である。

10

【0027】

本発明の意味において、前述の開始剤系の個々の成分の空間的な分離とは、これらの成分の分離が、例えばポリマーにおけるカプセル化によって行われ、ひいてはさらに重合開始を誘発することができないということと理解される。さらには同様に、開始剤系の個別の成分が、成分 A 中にも含まれていることも可能である。

【0028】

本発明によれば開始剤系は、ラジカル形成によって重合反応を誘発する、少なくとも 1 の開始剤を含む。さらに付加的には、このラジカル形成、ひいては重合反応の開始を促進させる、活性剤を使用することができる。レドックス系を使用すれば、なおさらなる成分を使用することができる。重合(熱重合、常温重合、または光重合)の目的種類に従って、本発明によれば少なくとも 1 の重合に必要な開始剤系の成分を減感する。こうしてまた、活性剤または開始剤のどちらかが減感されていることができる。活性剤も開始剤も減感されている変法もまた有利である。

20

【0029】

減感とは、本発明の意味においては反応性の低下と理解される。これはつまり、開始剤系が単に重合開始の遅延を認容するということである。このことにより、成分 A および B が比較的長く貯蔵可能になり、かつ作業の際十分な取扱時間を保証することができ、かつ事前に重合が行われなくなる。

【0030】

本発明によれば、減感好ましくは開始剤系成分のカプセル化によって、好適にはパールポリマー中のカプセル化によって達成される。

30

【0031】

記載される減感を用いて、室温で熱の適切な供給のもと、すなわち 12 ~ 28 の温度において非常に不活性な系において、開始剤の、および/または活性剤の放出を達成することができる。このような系は、これまで通常の化学的系の減感において、達成することができなかった。このような化学的減感はつまり、重合バッチ、ならびにエネルギー収支に悪影響をもたらす。とりわけこのような化学系を用いて、歯科分野に望まれる低い残留モノマー含分を達成することができない。

【0032】

従って本発明によれば、反応性成分の物理的なカプセル化を目的とする。このことは例えば、モノマー中で溶解性の、熱供給透過性の保護被覆によって、またはマイクロパールへの重合導入によって行うことができる。マイクロカプセル化のための可能な方法は、その場でのポリ反応、コアセルベーション法、表面反応法、ダブルエマルジョン法、相分離法などである。成分は熱の供給による放出の後、直ちに反応することができ、かつ非常に高いモノマー反応率を保証することができる。

40

【0033】

歯科分野で使用可能なプラスチック成形部材の、とりわけ歯科補綴の製造のための、本発明による好ましい材料は、通常液体混合物から重合可能な歯科用モノマー、および適切な固体充填材、ならびに歯科用モノマーの重合のために減感された形での少なくとも 1 の開始剤 (B) から成る、重合可能な成分 (A) から成る。特に好ましくはこの際、開始剤

50

、または開始剤系の成分が、減感された形で充填材中に存在するか、もしくは準備されている。

【0034】

本発明の好ましい変法において、パールの膨潤を液体モノマー混合物との混合後に初めて行うことができるように、開始剤系の成分がパールポリマー内にカプセル化されるように、開始剤系の減感が行われる。膨潤によって同時に、開始剤成分の遅延された放出が行われる。

【0035】

重合反応の開始には、従来技術より、本発明により、すなわち減感されて同様に使用することができる、多数の開始剤系が公知である。しかしながら好ましくは、ラジカル重合のための開始剤を使用する。ラジカル重合のための開始剤としては、常温重合、および熱重合のための、公知の開始剤が適しており、その際相応する準備装置を用いた光硬化も可能である。

10

【0036】

適切な開始剤は例えば、Encyclopedia of Polymer Science and Engineering、第13巻、Wiley-Interscience出版、New Yorkなど、1988年、754ページ以降に記載されている。好ましい開始剤は、過酸化物、例えばジベンゾイルペルオキシド、ジラウロイルペルオキシド、tert.-ブチルペルオクトアート、tert.-ブチルペルベンゾアート、またはジ-(tert.-ブチル)-ペルオキシド、またはアゾ化合物、例えばアゾビス-(イソブチロニトリル)(AIBN)、またはアゾ-ビス(4-シアンバレリアン酸)である。さらには熱硬化のために、ペルケタール、およびベンゾピナコールが同様に適している。過酸化物、または-ジケトンによる開始の促進のために適しているのは、特に活性剤、例えば芳香族アミンとの組み合わせである。開始剤系としてさらにはレドックス系を使用することもでき、とりわけジベンゾイルペルオキシド、ジラウロイルペルオキシド、またはカンファーキノンと、アミン、例えばN,N-ジメチル-t-トルイジン、N,N-ジヒドロキシエチル-p-トルイジン、p-ジメチルアミノ安息香酸ジエチルエステル、または他の構造的に類似の第三級アミンとの組み合わせを使用することができる。

20

【0037】

さらにはまた、過酸化物の他にさらにアスコルビン酸またはそれらの誘導体、バルビツラート、またはスルフィン酸を還元剤として含む、レドックス系も使用することができる。

30

【0038】

UV分野、または可視光分野のための適切な光開始剤は、J.P.Fouassier、J.F.Rabek(編)、Radiation Curing in Polymer Science and Technology、第II巻、Elsevier Applied Science、London und New York 1993年、155~237ページに記載されている。好ましい光開始剤は、ベンゾインエーテル、ジアルキルベンジルケタール、ジアルコキシアセトフェノン、アシルホスフィンオキシド、ビスアシルホスフィンオキシド、-ジケトン、例えば10-フェナントレンキノン、ジアセチル、フリル、アニシル、4,4'-ジクロロベンジル、4-4'-ジアルコキシベンジル、およびカンファーキノンである。

40

【0039】

本発明によれば、重合は低い温度で開始する。重合の間、温度が上昇するにも関わらず(反応の発熱)、温度は熱重合の場合より明らかに低い。このことにより同時に、2の重要な工程パラメータ、および製品パラメータによい影響がもたらされる。一方では、室温での冷却の際、熱的に引き起こされる補綴の収縮が減少し、かつ歯科用補綴の適合性が改善され、かつ、一方では熱重合体のために必要な基準への温度上昇が省略され、かつ他方重合の間の最高点と、室温もしくは離型温度の間の最高点の間の僅少な温度差異によって、冷却工程が短くなるので、もう一方では工程時間が減少する。

50

## 【0040】

歯の接着性（プラスチックの歯の場合）に関して、液体成分のモノマーによる補綴歯頸の膨潤により引き起こされる、粉末 - 液体系の大きな利点は、維持される。この際、モノマー/モノマー混合物は歯頸の表面に侵入し、重合の際、そうして歯頸と補綴材料との良好な結合をもたらす。セラミックの歯を使用する場合、高い機械的保持力の達成のためにいわゆるクラスプ（機械的かすがい）を使用する。

## 【0041】

さらに本発明の大きな利点は、従来技術から公知の、かつ適用者（歯科技術者）において存在する技術を使用することができること、および新たな装置の購入が必要でないことにある。極めて特に好ましくは、Ivoclar法における、本発明による材料の使用である。10  
こうして重合の間、同様に収縮補償が問題なく可能になり、かつ重合により引き起こされる収縮は、重合されていない補綴材料をキュベット内へ再加圧することにより調整される。この工程においては、高圧が適用されるため、高い材料特性（高い均一性、補綴材料中に気泡なし）、平滑な表面、ひいては良好な臨床的安定性（低減されたプラーク沈着および変色傾向）が得られる。

## 【0042】

適切な温度上昇によって、カプセル化された開始剤成分の放出を加速させることができる。このカプセル化は、粉末成分と液体成分との混合の際、重合可能な系の取り扱いのための十分に長い時間を可能にすること、およびキュベットへの重合可能な材料の導入後、  
（時間的かつ場所的に制御された）適切な温度上昇によってカプセル化された開始剤成分 20  
の放出を加速させることができ、ひいては工程時間をプラスチック成形部材のサイズに適合させることができるという利点を有する。キュベットの外の重合されていない補綴材料を有するリザーバーはこの際、もちろん加熱されないで、このリザーバーから材料をキュベットへと再加圧し、ひいてはプラスチックの重合収縮をキュベット内で調整することができる。

## 【0043】

好ましくはキュベット内での材料の加熱は、温度上昇が「温度前線（Temperature front）」の形で行われるようにし、これは重合されていない材料を有するリザーバーとは反対側のキュベットで始まり、そうして「遠く離れた」場所においてキュベット内 30  
で重合を開始するものである。重合反応の発熱によって、開始剤の放出はさらに加速され、かつキュベット内部での接触領域への加熱が、最終的に開始剤が完全に放出され、かつ重合が完全に行われるまで伝わる。

## 【0044】

従って本発明によれば、重合は適切な熱の導入により制御することができる。相応する温度は、20 ~ 90 の範囲、好適には30 ~ 50 の範囲である。これはすなわち、制御された熱の供給が重合を開始し、かつ制御するということである。本発明による材料の使用においては、さらなる製造過程および作業過程においてさらなるエネルギーを供給する。このことにより温度勾配が発生し、この温度勾配を調整することによって反応を制御することができる。

## 【0045】

本発明による材料の加工の際の温度勾配は、2 ~ 35 の、好適には12 ~ 28 の開始温度から出発する。段階的に温度を引き続いて上昇させる。この際、個々の段階の温度は20 ~ 90、好適には35 ~ 45 の温度である。本発明による材料を用いて、発生する重合収縮を再加圧された材料によって補償することが可能である。注入法において使用される容器はこの際、そのもともとの温度を保ち、かつ再加圧される材料を送り込む。

## 【0046】

本発明による材料を好適には歯科分野に使用し、特に有利には歯科用補綴のための使用である。本発明による材料を、特に有利には冒頭で述べた注入法と組み合わせて使用することができる。

10

20

30

40

50

## 【0047】

実施例を用いて、本発明による材料の、そのような注入法における使用を以下に記載する。

## 【0048】

## 混合物の製造

ポリマー粉末を所定の混合比率でモノマーに添加し、良好に混合する。この際、顔料は完全に系内に分散する。その後、得られた混合物を前部が封止された使い捨てカプセルに注型する。重合されていない材料の粘稠度は、理想的には両成分の混合の後、流動性であるようなほど薄いのが望ましく、その結果攪拌混入された小気泡が浮き上がることができ、かつ可能な限りカプセルリザーバー内に空気混入が存在しないようにする。

10

## 【0049】

同時にその材料をさらに混練し、その結果、混合物の「成熟度 (Reife)」が増大するとともに注入可能な混練物が生じるようにする。注入可能なとは、注入の間に分離を起こし得ることなく、かつ流入の際、可能な限り層流であるほど、混練物の粘稠度が増加するということを意味する。この粘稠度は、混合開始の5～10分後に得られる。

## 【0050】

生じる化学的重合収縮は、公知のIvoclar法と同様に、後から流れる材料によって実質的には完全に補償される。この熱収縮は、通常の熱重合体、例えばIvoclar法と比較して、明らかに低減されている。

## 【0051】

冷却は、直接インジェクタにおいて例えば空気冷却を介して行われるか、またはキュベットをインジェクタから取り外し、かつキュベットを室温で空気または冷たい流水で冷却する。その後、キュベットを慣用の通り取り出す。この際重要なのは、キュベット内の温度が、機械的要求における形状安定性が得られるほど低下していることである。

20

## 【0052】

## 自己硬化系の実施例

## 調製物1のポリマー：

55% Degacryl M527 (平均粒径約50 μm)

30% Degacryl MW332 (平均粒径約45 μm)

7.5% 1-ベンジル-5-フェニルバルピツール酸 (平均粒径約65 μm) を有する、カプセル化された開始剤ポリマー

30

すなわち自己硬化のための開始剤系は、減感の目的でポリマー内に封止されている、バルピツール酸誘導体から成る。ポリマーとは、PMMAのパールポリマーである。

7.5% 顔料、調整剤、安定剤、顔料のための担体ポリマーなど

粉末混合法 (例えばドラム混合機) 内で、混合し、均質化する。

## 【0053】

この混合物を10gの粉末/5gのモノマー (Ivoclar Vivadent AG社のProBase Cold、リヒテンシュタイン) の比率で手により混合する。この混合物は23で45分を越えて発熱反応を有するが、それにも関わらず混合物の完全な硬化を達成するために十分なほど、開始剤含有率は高い。

40

## 【0054】

## 調製物2：

60% Degacryl M527 (Roehm GmbH、平均粒径約50 μm)

30% Degacryl MW332 (Roehm GmbH、平均粒径約45 μm)

2.5% 0.5%のBPOを有する、カプセル化された開始剤ポリマー (平均粒径約65 μm)

7.5% 顔料、調整剤、安定剤、顔料のための担体ポリマーなど

粉末混合法 (例えばドラム混合機) 内で、混合し、均質化する。開始剤ポリマーはパールポリマーであり、かつMMA (85%) とエチレングリコールジメタクリレート (15%) からの1のコポリマーから成る。

50

## 【0055】

この混合物を、10gの粉末/5gのモノマー（Ivoclar Vivadent AG社のTriplex Cold、リヒテンシュタイン）の比率で手により混合する。この混合物は23で45分を越える発熱反応を有するが、それにも関わらず混合物の完全な硬化を達成するために十分なほど、開始剤含有率が高い。

## 【0056】

熱硬化系の実施例

調製物3

80% Degacryl M527（Roehm GmbH、平均粒径約50μm）

20% 0.5%のAIBNを有する、カプセル化された開始剤ポリマー（平均粒径約45μm）

10

すなわち、熱硬化のための開始剤系は、減感の目的でポリマー内に封止されている、熱重合開始剤AIBN（N,N-アゾビスイソブチロニトリル）から成る。開始剤コポリマー（パールポリマー）は、ウレタンジメタクリラート（70%）、MMA（25%）、およびエチレングリコールメタクリラート（5%）から成る。

## 【0057】

粉末混合法（例えばドラム混合機）で、混合し、均質化する。

## 【0058】

この混合物を10gの粉末/5gのモノマー（Ivoclar Vivadent AG社のProBase Hot、リヒテンシュタイン）の比率で手により混合する。この混合物は、開始剤の減感により、混合状態で23で数ヶ月間、貯蔵安定性である。それにも関わらず、熱硬化（>65）の際に混合物の完全な硬化を達成するために十分なほど、開始剤含有率が高い。

20

## 【0059】

補綴の製造方法

常温重合体、ならびに熱重合体のためのISO1567:2000の基準を満たす、調製物1および調製物2は、補綴体へと加工することができる。

## 【0060】

さらには、調製物1および調製物2は、非常に延長された加工時間を有する、通常の常温ポリマーとして注型技術、および充填技術において適用することができる。さらには、補修材料として使用することができる。

30

## 【0061】

調製物3は、熱重合法において、いわゆる充填法において使用することができる。

## フロントページの続き

- (72)発明者 フォルカー ラインベルガー  
リヒテンシュタイン国 ファドゥーツ マレーシュトラーセ 34
- (72)発明者 ヴォルフガング ヴァハター  
リヒテンシュタイン国 エシェン ヘラガッセ 196
- (72)発明者 ゴットフリート ローナー  
オーストリア国 アルトシュテッテン フォルストシュトラーセ 6

審査官 石井 裕美子

- (56)参考文献 特開2005-289961(JP,A)  
特開2004-010529(JP,A)  
特開平04-187609(JP,A)  
特表平08-500080(JP,A)  
特開2002-085423(JP,A)  
特開平08-071089(JP,A)  
特開2001-137263(JP,A)

## (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

A61K 6/00 - 6/10  
A61C 13/00 - 13/34