



MINISTERE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

NUMERO DE PUBLICATION : 1014001A5

NUMERO DE DEPOT : 09800902

Classif. Internat. : A61K C03C

Date de délivrance le : 04 Février 2003

**Le Ministre des Affaires Economiques,**

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

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 16 Décembre 1998 à 14H55 à l'Office de la Propriété Intellectuelle

**ARRETE :**

ARTICLE 1.- Il est délivré à : GC CORPORATION  
No. 76-1 Hasunuma-cho Itabashi-ku, TOKYO(JAPON)

représenté(e)(s) par : MODRIE Guy, S.A. NOVAGRAAF N.V., Boulevard du Souverain 7 -  
B 1170 BRUXELLES.

un brevet d' invention d' une durée de 20 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : POUDRE DE VERRE POUR CIMENTS DENTAIRES AU VERRE IONOMERE.

INVENTEUR(S) : Todo Atsuhiko, c/o GC Corporation., N°76-1 Hasunuma-cho, Itabashi-ku, Tokyo (JP); Hirasawa Michiko, c/o GC Corporation, No. 76-1 Hasunuma-cho, Itabashi-ku, Tokyo (JP); Kato Shinichi, c/o GC Corporation, No. 76-1 Hasunuma-cho, Itabashi-ku, Tokyo (JP)

PRIORITE(S) 17.12.97 JP JPA36374797

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) demandeurs(s).

Pour expédition certifiée conforme

Bruxelles, le 04 Février 2003  
PAR DELEGATION SPECIALE :

  
L. WUYTS  
CONSEILLER

  
L. WUYTS  
CONSEILLER

## MEMOIRE DESCRIPTIF

### TITRE

### POUDRE DE VERRE POUR CIMENTS DENTAIRES AU VERRE IONOMERE

### DOMAINE DE L'INVENTION

L'invention concerne une poudre de verre destinée à un ciment au verre ionomère à usage dentaire. L'invention a trait plus particulièrement à un verre aux fluoroaluminosilicates pour ciments dentaires au verre ionomère.

5

### ARRIERE-PLAN TECHNOLOGIQUE

Un ciment dentaire au verre ionomère est un ciment à usage dentaire bénéficiant de nombreuses caractéristiques telles qu'une biocompatibilité et une adhérence supérieures et une esthétique excellente, et qui font que l'on peut en attendre un effet de prévention contre les caries grâce au fluor que contient la poudre de verre. Par un recours à bon nombre de ces caractéristiques, on utilise le ciment dentaire au verre ionomère pour des applications étendues dans le domaine dentaire, comme l'obturation de cavités de caries, le collage de couronnes, d'inlays, de bridges ou d'attelles ou de liens orthodontiques, les fonds de cavités, la préparation de noyaux, le scellement de brèches et de fissures, et l'adhésion au moment du remplissage d'une résine composite dentaire.

Or, le ciment au verre ionomère a pour inconvénient qu'il entre en contact avec un fluide tel que de la salive au stade initial de la prise, et que la réaction de prise est freinée, ce qui a pour effet d'atténuer

20

les propriétés physiques finales. Ceci tient au fait que comme une réaction acide-base entre un acide polycarboxylique (acide) et un verre aux fluoroaluminosilicates (base) dans le ciment dentaire au verre ionomère se déroule en présence d'eau, le ciment dentaire au verre ionomère est susceptible d'être influencé par l'eau. On assiste alors à un phénomène qui fait qu'une surface qui est entrée en contact avec de l'eau au stade initial de la prise devient cassante, et le ciment devient crayeux, ce qui gâche l'esthétique. A cet égard, maintes améliorations ont été tentées jusqu'ici. Des technologies ont été exposées, pour ajuster le temps de prise, comme par exemple l'adjonction d'un agent chélateur dans la Publication de Brevet Japonais n° 54-21858; l'adjonction d'un sel complexe fluoré dans la Demande de Brevet Japonais mise en consultation n° 57-2210; et l'adjonction d'un composé organique insaturé polymérisable et d'un catalyseur de polymérisation au composant liquide dans la Demande de Brevet Japonais mise en consultation n° 6-27047. De plus, le présent inventeur a proposé une technologie faisant intervenir une réaction redox par adjonction d'un catalyseur d'oxydation-réduction dans laquelle la réaction de polymérisation a lieu même sans irradiation à la lumière visible, dans le Brevet Japonais mis en consultation n° 8-26925. A l'utilisation de ce ciment dentaire au verre ionomère proposé ici, les problèmes qui apparaissent en raison du contact avec un fluide au stade initial de la prise, comme la friabilité et la désintégration, peuvent être surmontés, la maniabilité est fortement améliorée grâce à la photopolymérisation, et les propriétés physiques telles que l'adhérence à une dent, la résistance à la flexion et la transparence sont améliorées.

D'un autre côté, comme défaut du ciment dentaire au verre ionomère, on relève que dans le cas d'une utilisation à des fins d'obturation, la surface polie après la prise est rugueuse, et l'épaisseur du film est importante.

En d'autres termes, comme la finition lisse en surface d'une restauration polie est insuffisante, l'inconvénient est que cette dernière est sèche et déplaisante dans la cavité buccale, ce qui peut amener le patient à se plaindre d'une sensation de gêne physique. Si on l'utilise pour obturer une dent antérieure, en particulier, on assiste à un phénomène qui se traduit par le fait que l'esthétique est un peu moins bonne, et comme l'épaisseur du film est importante, si on l'utilise pour coller une couronne ou un inlay, la prothèse est susceptible de se soulever et l'adhérence se détériore. En fait, lorsqu'on a comparé le verre dentaire ionomère à la résine composite dentaire et au ciment de résine dentaire, par référence à la rugosité superficielle moyenne en dix points, immédiatement après la prise, la résine composite dentaire présentait une valeur de 3,0  $\mu\text{m}$ , environ, tandis que le ciment dentaire au verre ionomère présentait une valeur importante d'environ 8,0  $\mu\text{m}$ ; et en termes d'épaisseur du film, le ciment de résine dentaire présentait une valeur de 5-10  $\mu\text{m}$ , environ, alors que le ciment dentaire au verre ionomère présentait une valeur élevée de 15-20  $\mu\text{m}$  environ.

Comme nous l'avons dit plus haut, jusqu'à présent, les améliorations du ciment dentaire au verre ionomère ont été focalisées uniquement sur les propriétés physiques ou la maniabilité.

#### RESUME DE L'INVENTION

La présente invention se propose dès lors de développer un ciment dentaire au verre ionomère qui puisse surmonter les côtés négatifs du ciment dentaire au verre ionomère classique, tout en bénéficiant de caractéristiques supérieures inhérentes aux ciments dentaires au verre ionomère, telles qu'une biocompatibilité et une adhérence supérieures, en donnant une finition superficielle plus lisse et une meilleure épaisseur de film, et qui puisse être utilisé en confiance pour un traitement dentaire tel qu'obturation ou collage.

L'inventeur a mené des recherches approfondies et intensives en vue d'arriver aux objectifs décrits plus haut. Le résultat est que l'on s'est aperçu que si on utilise une poudre de verre aux fluoroaluminosilicates à utiliser dans un ciment dentaire au verre ionomère, dont la granularité a été affinée par pulvérisation, l'activité d'un verre n'est pas réduite, tandis que les caractéristiques supérieures inhérentes au ciment dentaire au verre ionomère de type classique, comme une biocompatibilité et une adhérence supérieures, peuvent être conservées telles quelles, et que si on l'utilise comme charge, il est possible de pratiquer des obturations avec une finition superficielle plus lisse et sans provoquer de sensation de gêne physique, tandis que dans le cas où il est utilisé comme matière de collage, l'épaisseur du film peut être fine, ce qui permet de réaliser un collage sans provoquer de soulèvement de la prothèse, tout cela ayant débouché sur l'invention.

En d'autres termes, la poudre de verre pour ciments dentaires au verre ionomère conforme à la présente invention comprend une poudre de verre aux fluoroaluminosilicates pour des ciments dentaires au verre ionomère, présentant une densité de 2,4-4,0, une granularité moyenne de 0,02-4  $\mu\text{m}$ , et une surface spécifique BET de 2,5-6,0  $\text{m}^2/\text{g}$ .

#### DESCRIPTION DETAILLEE DE L'INVENTION

Comme poudre de verre aux fluoroaluminosilicates selon l'invention, destinée à un ciment dentaire au verre ionomère, on peut utiliser, après réduction en poudre, une poudre de verre aux fluoroaluminosilicates connue, utilisée jusqu'ici comme composant pulvérulent de ciments dentaires au verre ionomère. Toutefois, comme on préfère que la poudre de verre aux fluoroaluminosilicates à mettre en oeuvre soit du type dans lequel l'activité du verre n'est pas abaissée même après une réduction en poudre plus fine, une poudre de verre aux fluoroaluminosilicates contenant 10-21 % en poids de  $\text{Al}^{3+}$ , 9-21 % en

poids de  $\text{Si}^{4+}$ , 1-20 % en poids de  $\text{F}^-$ , et de 10-34 % en poids, au total, de  $\text{Sr}^{2+}$  et/ou de  $\text{Ca}^{2+}$ , dans ses composants, est convenable.

La poudre de verre aux fluoroaluminosilicates selon l'invention peut être préparée par une technique de fabrication de verre conventionnelle. Par exemple, des matières premières de verre, choisies  
5 parmi la silice, l'alumine, l'hydroxyde d'aluminium, le silicate d'aluminium, la mullite, le silicate de calcium, le silicate de strontium, le silicate de sodium, le carbonate d'aluminium, le carbonate de calcium, le carbonate de strontium, le carbonate de sodium, le fluorure de sodium, le fluorure  
10 de calcium, le fluorure d'aluminium, le fluorure de strontium, le phosphate d'aluminium, le phosphate de calcium, le phosphate de strontium, le phosphate de sodium, etc., sont pesés, fondus à de hautes températures d'au moins 1.000 °C, refroidis, puis réduits en poudre pour préparer une  
15 poudre fine.

La poudre de verre aux fluoroaluminosilicates de l'invention, destinée à un ciment dentaire au verre ionomère, doit présenter une granularité moyenne dans la fourchette de 0,02-4  $\mu\text{m}$ . Si la granularité  
20 moyenne dépasse 4  $\mu\text{m}$ , la finition en surface est moins lisse et la réaction de prise est lente, ce qui fait qu'elle ne convient pas. D'un autre côté, si on utilise une fine poudre présentant une granularité moyenne inférieure à 0,02  $\mu\text{m}$ , une quantité absolue de la poudre s'incorpore  
25 difficilement au liquide et les propriétés physiques sont susceptibles de s'altérer. Dès lors, elle ne convient pas non plus. La granularité peut être mesurée par des moyens classiques. Compte tenu des influences possibles de la granularité maximum sur le caractère lisse de la surface  
et sur l'épaisseur du film, on préfère que la granularité maximum soit contrôlée pour être inférieure à 4  $\mu\text{m}$ .

Par ailleurs, la poudre de verre de l'invention doit avoir une densité de l'ordre de 2,4-4,0. La densité peut être mesurée par un  
30 procédé conventionnel, en utilisant un pycnomètre. Au cas où la densité

quitterait la fourchette définie ci-dessus, la réactivité du verre baisserait ce qui provoquerait une altération des propriétés physiques et, par voie de conséquence, elle ne conviendrait pas.

5 De plus, la poudre de verre selon l'invention doit avoir une surface spécifique BET de l'ordre de 2,5-6,0 m<sup>2</sup>/g. Si la surface spécifique BET, un facteur influençant de manière importante la réaction avec le composant liquide, est inférieure à 2,5 m<sup>2</sup>/g, la réaction de prise est lente, tandis que si elle excède 6,0 m<sup>2</sup>/g, la réaction de prise est trop rapide et, par voie de conséquence, cela ne convient pas.

10 Il va sans dire que la poudre de verre conforme à l'invention peut être soumise à un traitement de surface avec un fluorure ou un composé organique polymérisable renfermant une double liaison à insaturation de type éthylénique ou avec un acide, et que le traitement de surface peut être exécuté par des procédés classiques. De même, il va  
15 de soi que des liquides classiques pour ciments dentaires au verre ionomère, contenant un acide polymérique tel qu'un acide polyacrylique ou un copolymère d'acide acrylique peuvent être utilisés en guise de composant liquide utilisé en combinaison avec la poudre de verre de l'invention, destinée aux ciments dentaires au verre ionomère.

20 L'invention est décrite de manière plus détaillée ci-dessous, par référence aux exemples qui vont suivre, mais ne doit pas être interprétée comme y étant limitée.

#### EXEMPLE 1

25 On a mélangé énergiquement 23g d'oxyde d'aluminium, 41g d'anhydride silicique, 10g de fluorure de strontium, 13g de phosphate d'aluminium et 13g de fluorure de calcium, et le mélange a été conservé à 1200 °C pendant 5 heures dans un four électrique haute température, faisant ainsi fondre le verre. Après la fonte, le verre fondu a été refroidi puis réduit en poudre pendant 10 heures, avec un broyeur à boulets.  
30 Ensuite, on a encore ajouté au verre pulvérisé de l'eau distillée en tant

qu'agent d'assistance à la pulvérisation, et on l'a réduit en poudre pendant 20 heures avec un désintégrateur à mouvements oscillatoires, et une poudre qui est passée au travers d'un tamis à 200 mailles (selon ASTM) a été définie en tant que poudre de verre. A 100g de cette poudre de verre, on a mélangé 100g d'une solution aqueuse de fluorure de titane-sodium à 1 %, pour préparer une bouillie. On a fait évaporer l'eau avec une étuve à 120 °C, pour achever le traitement de surface, en préparant ainsi une poudre de verre pour ciment dentaire au verre ionomère. La poudre de verre ainsi obtenue avait une densité de 3,3, une granularité moyenne de 2,3  $\mu\text{m}$ , une granularité maximum de 3,9  $\mu\text{m}$ , et une surface spécifique BET de 4,3  $\text{m}^2/\text{g}$ .

A 3,0g de cette poudre de verre, on a mélangé 1,0g d'un liquide pour ciment dentaire au verre ionomère disponible dans le commerce (fabriqué par GC Corporation, une marque de commerce : un liquide "GC Fuji Ionomer Type II"), et le mélange a été soumis à des mesures pour en déterminer les propriétés physiques, par les méthodes de test suivantes. Le résultat était un temps de travail de 3 minutes et 15 secondes, une résistance à la compression de 200 MPa, une épaisseur de film de 8,5  $\mu\text{m}$ , et une rugosité moyenne en dix points de 1,5  $\mu\text{m}$  après polissage.

La résistance à la compression a été mesurée sur la base de la méthode de test telle que décrite dans le JIS T6602 pour un ciment dentaire au phosphate de zinc. De même, l'épaisseur du film a été mesurée selon la méthode de test du JIS T6602. Le temps de travail a été évalué en touchant un mélange de ciment avec la pointe d'une spatule servant à mélanger un ciment, et en mesurant le temps qu'il fallait jusqu'à ce que la fluidité du mélange de ciment ait disparu. De plus, la rugosité moyenne en dix points a été mesurée de la manière suivante. On a chargé un mélange de ciment dans un anneau de verre présentant un diamètre intérieur de 10 mm et une hauteur de 2 mm, pour lui



permettre de prendre, on l'a conservé pendant 24 heures dans une pièce à 37 °C ayant une humidité relative de 100 %, puis on l'a poli avec une matière de polissage (une marque de commerce "Super Snap Red 12a" fabriquée par Shofu Co., Ltd.), puis on a mesuré la rugosité moyenne en dix points avec un appareil à mesurer la rugosité superficielle (une marque de commerce "Surfcorder SE-40H", fabriqué par Kosaka Laboratory, Ltd.).

#### EXEMPLE 2

On a mélangé énergiquement 23g d'oxyde d'aluminium, 41g d'anhydride silicique, 10g de fluorure de strontium, 13g de phosphate d'aluminium et 13g de fluorure de calcium, et le mélange a été conservé à 1200 °C pendant 5 heures dans un four électrique haute température, faisant ainsi fondre le verre. Après la fonte, le verre fondu a été refroidi puis réduit en poudre pendant 10 heures, avec un broyeur à boulets. Ensuite, on a encore ajouté au verre pulvérisé de l'eau distillée en tant qu'agent d'assistance à la pulvérisation, et on l'a réduit en poudre pendant 20 heures avec un désintégrateur à mouvements oscillatoires, et une poudre qui est passée au travers d'un tamis à 200 mailles (selon ASTM) a été définie en tant que poudre de verre. A 100g de cette poudre de verre, on a ajouté 20g d'une solution de  $\gamma$ -méthacryloxypropyl triméthoxysilane dans de l'éthanol à 5 %, et on les a mélangés énergiquement dans un mortier. Ensuite, on a fait sécher le mélange obtenu pendant 2 heures à 120 °C avec une étuve à vapeur, pour achever le traitement au silane. A 100g de poudre ainsi traitée au silane, on a ajouté 0,25g d'hydrazide de p-toluènesulfonyle et on a mélangé énergiquement pour préparer une poudre de verre pour ciments dentaires au verre ionomère. La poudre de verre ainsi obtenue avait une densité de 3,3, une granularité moyenne de 2,2  $\mu\text{m}$ , une granularité maximum de 3,9  $\mu\text{m}$  et une surface spécifique BET de 4,0  $\text{m}^2/\text{g}$ .

A 3,0g de cette poudre de verre, on a mélangé 1,0g de liquide pour ciment dentaire au verre ionomère de type commercial (fabriqué par GC Corporation, une marque de commerce : un liquide "GC Fuji Ionomer Type IILC") et on a soumis le mélange à des mesures pour en déterminer diverses propriétés physiques. La réaction de prise a été exécutée sous irradiation avec une lumière pendant 20 secondes, en utilisant un appareil d'irradiation à la lumière disponible dans le commerce (fabriqué par GC Corporation, une marque de commerce "GC New Light VL-II"). Le résultat était un temps de travail de 3 minutes et 30 secondes, une résistance à la compression de 230 MPa, une épaisseur de film de 7,2  $\mu\text{m}$  et une rugosité moyenne en dix points de 1,5  $\mu\text{m}$  après polissage.

### EXEMPLE 3

On a mélangé énergiquement 23g d'oxyde d'aluminium, 30g d'anhydride silicique, 30g de fluorure de strontium, 5g de phosphate d'aluminium et 12g de fluorure d'aluminium, et on a conservé le mélange pendant 5 heures à 1300 °C dans un four électrique haute température, faisant ainsi fondre le verre. Après la fonte, le verre fondu a été refroidi et réduit en poudre pendant 10 heures avec un broyeur à boulets. Ensuite, on a encore ajouté au verre pulvérisé de l'eau distillée pour servir d'agent d'assistance à la pulvérisation, et on l'a réduit en poudre pendant 20 heures avec un désintégrateur à mouvements oscillatoires, et une poudre qui passait au travers d'un tamis à 200 mailles (selon ASTM) a été définie comme étant une poudre de verre. A 100g de cette poudre de verre, on a mélangé 100g d'une solution aqueuse de fluorure de titane-sodium à 1 %, pour préparer une bouillie. On a fait évaporer l'eau avec une étuve à 120 °C, pour achever le traitement de surface, préparant ainsi une poudre de verre pour ciment dentaire au verre ionomère. La poudre de verre ainsi obtenue avait une densité de 3,0, une granularité

moyenne de 2,0  $\mu\text{m}$ , une granularité maximum de 3,6  $\mu\text{m}$  et une surface spécifique BET de 4,4  $\text{m}^2/\text{g}$ .

5 A 1,8g de cette poudre de verre, on a mélangé intimement 1,0g d'un liquide pour ciment dentaire au verre ionomère (fabriqué par GC Corporation, une marque de commerce : un liquide "GC Fuji I"), et le mélange a été soumis à des mesures pour en déterminer diverses propriétés physiques. Le résultat était un temps de travail de 2 minutes et 00 seconde, une résistance à la compression de 200 MPa, une épaisseur de film de 8,0  $\mu\text{m}$  et une rugosité moyenne en dix points de 2,2  $\mu\text{m}$  après  
10 le polissage.

#### EXEMPLE 4

On a mélangé énergiquement 23g d'oxyde d'aluminium, 30g d'anhydride silicique, 30g de fluorure de strontium, 5g de phosphate d'aluminium et 12g de fluorure d'aluminium, et le mélange a été conservé  
15 à 1300 °C pendant 5 heures dans un four électrique haute température, faisant ainsi fondre le verre. Après la fonte, le verre fondu a été refroidi puis réduit en poudre pendant 10 heures, avec un broyeur à boulets. Ensuite, on a encore ajouté au verre pulvérisé de l'eau distillée en tant qu'agent d'assistance à la pulvérisation, et on l'a réduit en poudre  
20 pendant 20 heures avec un désintégrateur à mouvements oscillatoires, et une poudre qui est passée au travers d'un tamis à 200 mailles (selon ASTM) a été définie en tant que poudre de verre. A 100g de cette poudre de verre, on a ajouté 20g d'une solution de  $\gamma$ -méthacryloxypropyl triméthoxysilane dans de l'éthanol à 5 %, et on les a mélangés  
25 énergiquement dans un mortier. Ensuite, on a fait sécher le mélange obtenu pendant 2 heures à 120 °C avec une étuve à vapeur, pour achever le traitement au silane. A 100g de poudre ainsi traitée au silane, on a ajouté 0,25g d'hydrazide de p-toluènesulfonyle et on a mélangé énergiquement pour préparer une poudre de verre pour ciment dentaire  
30 au verre ionomère. La poudre de verre ainsi obtenue avait une densité

de 3,0, une granularité moyenne de 2,2  $\mu\text{m}$ , une granularité maximum de 3,5  $\mu\text{m}$  et une surface spécifique BET de 4,3  $\text{m}^2/\text{g}$ .

5 A 2,0g de cette poudre de verre, on a mélangé intimement 1,0g d'un liquide pour ciment dentaire au verre ionomère de type commercial (fabriqué par GC Corporation, une marque de commerce : un liquide "CG Fuji PLUS") et on a soumis le mélange à des mesures pour en déterminer diverses propriétés physiques. Le résultat était un temps de travail de 2 minutes et 30 secondes, une résistance à la compression de 220 MPa, une épaisseur de film de 8,0  $\mu\text{m}$  et une rugosité moyenne  
10 en dix points de 2,7  $\mu\text{m}$  après polissage.

#### EXEMPLE COMPARATIF 1

En guise de ciment dentaire au verre ionomère de type conventionnel, on a choisi une marque de commerce "GC Fuji I" (fabriqué par GC Corporation), et on a mélangé son liquide et sa poudre  
15 conformément aux indications du manuel d'instructions, et on a soumis le mélange à des mesures afin d'en déterminer diverses propriétés physiques. Le résultat était un temps de travail de 2 minutes et 00 seconde, une résistance à la compression de 200MPa, une épaisseur de film de 15,0  $\mu\text{m}$  et une rugosité moyenne en dix points de 6,2  $\mu\text{m}$  après le  
20 polissage.

#### EXEMPLE COMPARATIF 2

En guise de ciment dentaire au verre ionomère de type conventionnel, on a choisi une marque de commerce "GC Fuji Ionomer Type II LC" (fabriqué par GC Corporation), et on a mélangé son liquide et  
25 sa poudre conformément aux indications du manuel d'instructions, et on a soumis le mélange à des mesures afin d'en déterminer diverses propriétés physiques. Le résultat était un temps de travail de 3 minutes et 15 secondes, une résistance à la compression de 200MPa, une épaisseur de film de 20  $\mu\text{m}$  et une rugosité moyenne en dix points de 5,3  
30  $\mu\text{m}$  après le polissage.

Ainsi qu'il a été décrit en détail plus haut, par comparaison à la préparation d'un ciment dentaire au verre ionomère en utilisant une poudre de verre de type conventionnel pour ciments dentaires au verre ionomère, si on prépare un ciment dentaire au verre ionomère en se servant de la poudre de verre de l'invention, destinée aux ciments dentaires au verre ionomère, non seulement la rugosité moyenne en dix points est particulièrement peu importante de sorte que si on l'utilise à des fins d'obturation, la finition en surface est plus lisse, mais encore, l'épaisseur du film est tellement faible que si on l'utilise pour coller, il est possible de pratiquer un collage avec un ajustement correct, sans provoquer le soulèvement de la prothèse. En conséquence, l'invention apporte une contribution importante au domaine dentaire.

Bien que l'invention a été décrite dans les détails et par référence à des formes d'exécution spécifiques, il sera évident pour l'homme de métier qu'il est possible d'y apporter bien des changements et des modifications sans s'écarter ni de son esprit ni de sa portée.

**REVENDICATIONS**

1. Poudre de verre pour ciments dentaires au verre ionomère, comprenant une poudre de verre aux fluoroaluminosilicates pour ciments dentaires au verre ionomère, présentant une densité de 2,4-4,0, une granularité moyenne de 0,02-4  $\mu\text{m}$ , une surface spécifique BET de 2,5-6,0  $\text{m}^2/\text{g}$  et une granularité maximale inférieure à 4  $\mu\text{m}$ .
2. Poudre de verre pour ciments dentaires au verre ionomère selon la revendication 1, dans laquelle la poudre de verre aux fluoroaluminosilicates est une poudre de verre aux fluoroaluminosilicates contenant 10-21 % en poids de  $\text{Al}^{3+}$ , 9-21 % en poids de  $\text{Si}^{4+}$ , 1-20 % en poids de  $\text{F}^-$ , et 10 à 34 % en poids au total de  $\text{Sr}^{2+}$  et/ou  $\text{Ca}^{2+}$  dans ses composants.
3. Poudre de verre selon la revendication 1 ou 2, ayant une densité de 3,0-3,3.
4. Poudre de verre selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, ayant une granularité moyenne de 2,0-2,3  $\mu\text{m}$ .
5. Poudre de verre selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, ayant une granularité moyenne de 3,5-3,9  $\mu\text{m}$ .
6. Poudre de verre selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, ayant une surface spécifique BET de 4,0-4,4  $\text{m}^2/\text{g}$ .
7. Poudre de verre pour ciments dentaires au verre ionomère, essentiellement telle que décrite dans le présent mémoire dans l'un quelconque des Exemples 1 à 4 précédents.

## ABREGE

POUDRE DE VERRE POUR CIMENTS DENTAIRES AU VERRE  
IONOMERE

L'invention est relative à une poudre de verre pour ciments dentaires au verre ionomère, comprenant une poudre de verre aux fluoroaluminosilicates pour les ciments dentaires au verre ionomère, présentant une densité de 2,4-4,0, une granularité moyenne de 0,02-4  
5  $\mu\text{m}$ , et une surface spécifique BET de 2,5-6,0  $\text{m}^2/\text{g}$ . En outre, elle présente de préférence une granularité maximum inférieure à 4  $\mu\text{m}$  et contient 10-21 % en poids de  $\text{Al}^{3+}$ , 9-21 % en poids de  $\text{Si}^{4+}$ , 1-20 % en poids de  $\text{F}^-$ , et 10 à 34 % en poids, au total, de  $\text{Sr}^{2+}$  et/ou de  $\text{Ca}^{2+}$  dans ses composants. La poudre de verre de l'invention, pour ciments  
10 dentaires au verre ionomère, peut donner une finition plus lisse en surface et une meilleure épaisseur de film, tout en bénéficiant des caractéristiques supérieures inhérentes aux ciments dentaires au verre ionomère de type conventionnel, telles qu'une biocompatibilité et une adhérence supérieures.



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

BO 7282  
BE 9800902

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.CI.7)
X	GB 2 228 001 A (G C DENTAL IND CORP) 15 août 1990 (1990-08-15) * page 6, alinéa 2 - page 8, alinéa 2 * ---	1-3	A61K6/083 C03C10/16  <b>DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CI.7)</b>  A61K C03C
X	GB 2 202 221 A (G C DENTAL IND CORP) 21 septembre 1988 (1988-09-21) * page 2, alinéa 2 - page 10, alinéa 2 * * revendications; exemples * ---	1-3	
X	GB 2 291 428 A (GC KK) 24 janvier 1996 (1996-01-24) * page 6, ligne 7 - ligne 12 * ---	1-3	
A	GB 2 215 728 A (TOKUYAMA SODA KK) 27 septembre 1989 (1989-09-27) * page 11, ligne 22 - page 12, ligne 10 * * revendications; exemples * -----	1-3	
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
12 août 2002		Cousins-Van Steen, G	
<p><b>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</b></p> <p>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</p> <p>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</p> <p>.....  &amp; : membre de la même famille, document correspondant</p>			

1

EPO FORM 1503 03.82 (P04C-487)



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

BO 7282  
BE 9800902

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

12-08-2002

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication		Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
GB 2228001	A	15-08-1990	JP	2080375 C	09-08-1996
			JP	2164807 A	25-06-1990
			JP	6027047 B	13-04-1994
			AU	627252 B2	20-08-1992
			AU	4671789 A	21-06-1990
			BE	1002916 A3	06-08-1991
			CH	680340 A5	14-08-1992
			DE	3941629 A1	21-06-1990
			FR	2640503 A1	22-06-1990
			NL	8903089 A ,B,	16-07-1990
			SE	504181 C2	02-12-1996
			SE	8904240 A	17-06-1990
			US	5063257 A	05-11-1991
			GB 2202221	A	21-09-1988
JP	63201038 A	19-08-1988			
AU	604835 B2	03-01-1991			
AU	1142988 A	18-08-1988			
BE	1002180 A3	02-10-1990			
CA	1292017 A1	12-11-1991			
CH	675682 A5	31-10-1990			
DE	3804469 A1	25-08-1988			
FR	2610916 A1	19-08-1988			
SE	470154 B	22-11-1993			
SE	8800483 A	14-08-1988			
US	4900697 A	13-02-1990			
GB 2291428	A	24-01-1996			
			DE	19526224 A1	25-01-1996
			US	5520725 A	28-05-1996
GB 2215728	A	27-09-1989	DE	3903703 A1	17-08-1989
			JP	1308853 A	13-12-1989
			US	5051453 A	24-09-1991