

# [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 00804972.6

[43] 公开日 2002 年 4 月 17 日

[11] 公开号 CN 1345257A

[22] 申请日 2000.3.8 [21] 申请号 00804972.6

[30] 优先权

[32]1999.3.17 [33]US [31]09/271,639

[86] 国际申请 PCT/US00/05924 2000.3.8

[87] 国际公布 WO00/54884 英 2000.9.21

[85] 进入国家阶段日期 2001.9.13

[71] 申请人 科尔公司

地址 美国加利福尼亚

[72] 发明人 赫里斯托斯·安格勒塔基斯

[74] 专利代理机构 永新专利商标代理有限公司

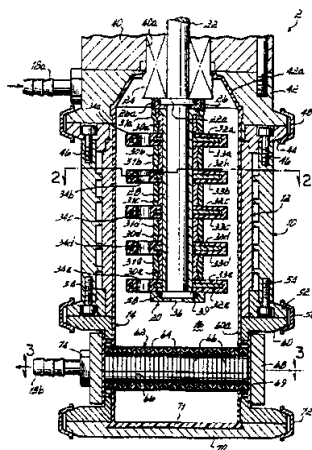
代理人 蔡洪贵

权利要求书 3 页 说明书 12 页 附图页数 4 页

[54] 发明名称 用于低污染研磨的搅拌研磨机和

[57] 摘要

本发明提供一种具有搅拌器(20)和涂覆有无着色的耐磨聚合物(14)的研磨腔(16)的研磨机(2)以及一种利用该研磨机(2)制造基本上纯净的研磨微粒的方法。聚合物覆层(14)通常为如聚氨酯这样的热固性聚合物或如含氟弹性体这样的合成弹性体。聚合物覆层(14)在研磨介质与搅拌器(20)以及研磨腔(16)与研磨介质之间形成耐磨层,从而避免碎裂剥落,并因此而提高了成品研磨材料的纯净度。搅拌研磨机(2)可有选择地包括一个陶瓷间隙分离器(62),其通常由通过填隙片(64)分隔开预定距离的层叠板(66)构成,从而将在研磨腔(16)中将研磨微粒与研磨介质分离开来,并仅允许研磨微粒通过并离开研磨腔(16)。



ISSN 1008-4274

## 权利要求书

---

1. 一种用于制备高纯度研磨微粒的搅拌研磨机，包括：
  - 一个具有限定研磨腔的内腔表面的外壳；
  - 5 一个具有位于研磨腔内的外表面的搅拌器，该搅拌器包括一个转动轴和至少一个从转动轴伸出并经研磨腔延伸的延伸部；
  - 一个位于内腔表面和转动轴之间的密封件，密封件由维氏硬度至少约为11GPa的材料制成；以及
  - 一个形成于内腔表面和搅拌器外表面的无着色、耐磨聚合物覆层。
- 10 2. 根据权利要求1所述的搅拌研磨机，其中，聚合物材料是聚氨酯。
3. 根据权利要求2所述的搅拌研磨机，其中，聚氨酯选自利用多羟基化合物链增和交联的醚类或酯类预聚物。
4. 根据权利要求2所述的搅拌研磨机，其中，聚氨酯选自利用胺链增和交联的醚类或酯类预聚物。
- 15 5. 根据权利要求1所述的搅拌研磨机，其中，聚合物材料是含氟弹性体。
6. 根据权利要求5所述的搅拌研磨机，其中，含氟弹性体是1,1-二氟乙烯和六氟丙烯共聚物。
7. 根据权利要求6所述的搅拌研磨机，其中，1,1-二氟乙烯和六氟  
20 丙烯共聚物具有重复的结构：  
$$\text{CF}_2\text{--CH}_2\text{--CF}_2\text{--CF}(\text{CF}_3)\text{--}$$
8. 根据权利要求1所述的搅拌研磨机，其中，密封件由氧化钇稳定的氧化锆制成。
9. 根据权利要求1所述的搅拌研磨机，其还包括：

一个位于研磨腔一端的入口；  
一个位于研磨腔相对端的出口；以及  
一个位于研磨腔出口处的间隙分离器。

10. 根据权利要求9所述的搅拌研磨机，其中，间隙分离器由多个通  
5 过填隙片分隔的陶瓷板构成。

11. 根据权利要求10所述的搅拌研磨机，其中，陶瓷材料的莫氏硬度至少约6.0。

12. 根据权利要求10所述的搅拌研磨机，其中，陶瓷材料是氧化锆。

13. 根据权利要求1所述的搅拌研磨机，其中，转动轴及其延伸部涂  
10 覆有无着色的耐磨聚合物。

14. 根据权利要求1所述的搅拌研磨机，其还包括位于研磨腔的填充  
研磨介质。

15. 根据权利要求14所述的搅拌研磨机，其中，研磨介质是直径约  
为0.2—0.6mm的氧化钇稳定的氧化锆。

16. 一种用于有效地研磨高纯度亚微增强微粒的方法，其包括以下  
15 步骤：

提供一个搅拌研磨机，该搅拌研磨机具有研磨腔和伸入并穿过研磨  
腔的搅拌器，它们涂覆有无着色的耐磨聚合物覆层，研磨腔在搅拌器伸  
入研磨腔的地方用密封件进行密封，该密封件由维氏硬度至少约为11GPa  
20 的材料制成；

将研磨介质充入研磨腔；

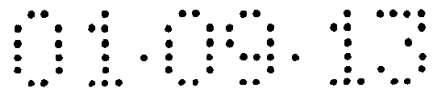
将包含有待研磨微粒的湿浆液充入研磨腔；

使搅拌器运动足够的时间，从而将微粒研磨到使其微粒平均尺寸约  
为0.05—0.50  $\mu\text{m}$ ；以及

使浆液与研磨介质分离。

17. 根据权利要求16所述的方法，其中，密封件和研磨介质由氧化钇稳定的氧化锆构成。

18. 根据权利要求16所述的方法，其中，聚合物覆层是聚氨酯覆层。



# 说明书

---

## 用于低污染研磨的搅拌研磨机和方法

### 5 技术领域

本发明涉及一种改进的搅拌研磨机，具体地说，本发明涉及一种用于研磨适用于牙齿复合物（dental composite）的高纯度亚微增强微粒的搅拌研磨机和研磨方法。均匀分布在牙齿复合物中的高纯度亚微增强微粒在临床使用中具有高强度、高耐磨性和高光泽驻留性。

10

### 背景技术

在牙科中，执业医师利用各种修补材料来制成牙冠、镶片、直接填充物、镶嵌物、移植物和托板。合成树脂是一种类型的修补材料，它是如矿物填充微粒这样的增强剂在树脂基质中的悬浮物。这些材料可以是分散增强、粒子增强、混合型复合物或易流动复合物。C. Angeletakis等人在同一申请日申请的题为“最佳粒子尺寸的混合型复合物”的美国专利US6, 121, 344就详细描述了这些材料，这里作为参考对其进行引用。

由于高纯度的亚微微粒具有所需的高光泽度和高半透明度的光学特性，因此，它们在复合树脂材料中是非常有用的。通常，由通常采用的沉积或溶胶—凝胶法制备的亚微微粒可用于增强混合型复合填充物。但是，溶胶—凝胶制备法不能将微粒的大小限制到可见光波长或低于可见光波长，因此而不能在树脂上获得稳定的光泽表面。

20 尽管搅拌球磨机可用于制造亚微微粒，但由于会产生杂质，因此以前不被用来制造用于牙齿复合填充物的微粒。在牙齿复合物中夹杂有杂

质会降低光泽度和半透明度。受让给Draiswerke GmbH的美国专利US5, 335, 867、US4, 129, 261和US4, 117, 981以及受让给Matsushida Electric Industrial Co.的美国专利US5, 065, 946就公开了现有技术的研磨机, 这里作为参考对它们进行引用。这些现有技术研磨机通常包括陶瓷或金属  
5 搅拌器和研磨腔。在研磨过程中, 搅拌器和研磨腔的陶瓷或金属材料碎裂剥落并与被研磨的材料相混合在一起。在研磨用于牙齿修补填充物的情况下, 由于杂质会影响修补材料的光学特性, 因此是人们所不能接受的。杂质会由于光散射而降低光泽度并降低半透明度。Draiswerke, Inc., Mahwah, N. J.公司在它们的PML-H/V研磨机的搅拌器和研磨腔上涂覆  
10 聚氨酯覆层。但覆层的着色也会污染复合物, 从而也不能令人满意地用于牙科修补。

研磨的主要方法有干磨和湿磨。在干磨过程中, 采用空气或惰性气体使微粒保持悬浮。但是, 细小的微粒会由于van der Waals力而趋于聚  
15 结, 这会限制干磨的能力。湿磨利用如水或酒精这样的液体来控制细小微粒的聚结。因此, 通常采用湿磨来研磨亚微微粒。

湿磨机通常包括利用足够大的力来磨碎悬浮于液体介质中的微粒的球形介质。可按照将运动作用于介质的方法来对研磨装置进行分类。湿  
20 式球磨机所呈现的运动包括翻转、振动、沿轨道运动和搅拌。尽管可利用这些研磨机中的每一种来制造亚微微粒, 但搅拌或搅拌球磨机通常是最为有效的。

搅拌球磨机作为一种摩擦或搅动研磨机具有如下优点: 高效、高固体颗粒处理能力、生产出的产品具有较窄的尺寸分布, 且可生产出均匀的浆液。在使用搅拌球磨机时的主要变量为搅拌速度、悬浮液流速、  
滞留时间、浆液粘度、横向进磨的固体尺寸、研磨介质尺寸和所需的产

品尺寸。作为一个总的原则，搅拌研磨机在最有效的工作状态下通常可将微粒研磨到使平均微粒尺寸约为研磨介质尺寸的1/1000。为使微粒的平均尺寸达到0.05—0.5  $\mu\text{m}$ ，可采用尺寸小于0.45mm的研磨介质。直径约为0.2mm和0.6mm的研磨介质可从Tosoh Ceramics, Bound Brook, New Jersey购买到。因此，为优化研磨过程，需要使用尺寸约为1000倍所需微粒尺寸大小的研磨介质。这将使所需的研磨时间最短。

先前，由于研磨介质会污染浆液，因此通过研磨来获得这种细小的微粒尺寸是非常困难的。通过利用氧化钇稳定的氧化锆（YTZ或Y-TZP，其中，TZP是四方晶氧化锆多晶体），就可使由研磨介质破碎和研磨机磨损所带来的污染最小化。Y-TZP具有较小的粒度、高强度和高抗破裂性。YTZ是最硬的陶瓷，由于其具有这种高硬度，因此，在研磨过程中YTZ不会产生结构分解。高强度Y-TZP是通过在约1550℃的温度下烧结形成四方晶粒而形成的，四方晶粒具有与4—8  $\mu\text{m}$  立方晶粒混合的1—2  $\mu\text{m}$  四方晶粒和高强度（1000Mpa）、高抗破裂性（8.5MPam<sup>1/2</sup>）以及良好的耐磨性。Y-TZP是适当的研磨介质，从而提供了微粒平均尺寸小于0.5  $\mu\text{m}$ 的相对纯净的结构填充物。另外，可采用玻璃球，但由于会发生磨损，所用的特殊玻璃应当与被研磨的填充材料具有相同或相似的光学特性。

尽管通过利用YTZ研磨介质会使研磨的填充微粒的污染有所降低，但搅拌研磨机仍会对包含研磨填充物的牙齿复合物带来令人难以接受的高度污染。因此，迫切需要一种可有效生产低污染研磨填充微粒的搅拌研磨机。

发明内容

本发明涉及一种搅拌研磨机及其使用方法，其中，搅拌研磨机的改进之处在于：搅拌研磨机包括一个位于搅拌驱动轴和外壳之间的密封件以及一个搅拌器和研磨腔，它们涂覆有清洁或无着色的聚合物，从而可提供基本上纯净、无污染的研磨微粒，研磨微粒最好为 $0.05-0.50\ \mu\text{m}$ 。

5 密封件可以是与YTZ具有大致等效硬度的任何材料，包括YTZ（或Y-TZP）本身。无着色聚合物覆层可以是热塑性聚合物，例如聚乙烯；热固性聚合物，例如聚氨酯；或合成弹性体，例如含氟弹性体。聚合物覆层在研磨介质和搅拌器以及研磨腔和研磨介质之间形成耐磨层以避免破碎剥落，并因此而提高成品研磨材料的纯净度。搅拌研磨机可有选择地  
10 包括位于输出部分的陶瓷间隙分离器，其可用作微粒过滤器来排除大尺寸的微粒。分离器由通过填隙片分隔开预定距离的层叠板构成，从而在研磨腔中将研磨微粒与研磨介质分离开，并仅允许研磨微粒通过而离开研磨腔。

利用本发明搅拌研磨机所生产的微粒在微粒平均尺寸方面具有很大的  
15 变化；但是，发现微粒平均尺寸约为 $0.05-0.5\ \mu\text{m}$ 的微粒具有承载牙齿修补物所需的高强度，并在美容修复临床应用中还保持光泽的外表。另外，研磨机生产出非球形的微粒，在将其用作牙齿复合物的填充物时提高了树脂的附着性，因而进一步增强了复合物的整体强度。利用本发明研磨机研磨的填充微粒高纯净、无污染，微粒平均尺寸小于可见光的  
20 波长，也就是约小于 $0.50\ \mu\text{m}$ 。利用本发明还可生产高纯净、无污染且具有各种尺寸和尺寸分布的用于牙齿复合物之外的其它应用中的研磨微粒。

本发明可将微粒研磨到使其微粒平均尺寸位于 $0.05$ 和 $0.5\ \mu\text{m}$ 之间，而不会夹杂有来自搅拌器或研磨腔的材料形式的杂质。研磨形成的非球



形微粒由于其形状不规则而与聚合树脂在更大程度上相互作用。当将微粒用作结构复合填充物时，就提高了树脂与微粒的附着性，从而提高了复合物的整体强度。

本发明通过选择介质和优化参数而生产出所需尺寸的微粒，这些微粒无污染并呈现出较窄的微粒尺寸分布。较窄的微粒尺寸分布使尺寸在0.5  $\mu\text{m}$ 以上的微粒的小的百分比最小，而正是尺寸在0.5  $\mu\text{m}$ 以上的微粒的存在造成了临床应用中形成无光泽的表面。

#### 附图说明

10 图1是本发明搅拌研磨机的平面图；

图2是沿图1的2-2线剖视的位于本发明搅拌研磨机研磨腔内的搅拌器的顶部平面图；

图3A是在本发明改进的搅拌球磨机中研磨的微粒放大20000倍的扫描电子显微照片；

15 图3B是在本发明改进的搅拌球磨机中研磨的微粒放大5000倍的扫描电子显微照片；

图4A是通过溶胶-凝胶工艺形成的现有技术的填充微粒放大20000倍的扫描电子显微照片；

20 图4B是通过溶胶-凝胶工艺形成的现有技术的填充微粒放大20000倍的扫描电子显微照片；

#### 具体实施方式

本发明是对一种搅拌研磨机例如Draiswerke Inc.公司的PML-H/V型搅拌研磨机所作的改进，通过改进使其具有无着色或洁净聚合物覆层搅

拌器和研磨腔，并且还添加了YTZ硬度等效材料的密封件。聚合物覆层通常耐磨和抗化学腐蚀。适当的覆层聚合物包括热塑性聚合物，例如聚乙烯和聚酰胺；热固性聚合物，例如尿烷；和合成弹性体，例如含氟弹性体。聚合物覆层可通过任何已知的适当方法涂覆至少0.005英寸厚。本发  
5 明的研磨机可有选择地在输出口处包括间隙分离器，以便将包含被研磨微粒的浆液与研磨介质分离开来并使研磨介质保持在研磨腔中。

如图1所示，本发明的搅拌研磨机2包括一个大致为圆柱形的外壳10，外壳10支承着一个大致为圆柱形的内壳12，内壳12带有聚合物衬里14以避免内壳12磨损。带有聚合物衬里14的内壳12大体上限定了研磨腔16。  
10 研磨腔16内充有研磨介质（未示出），优选地为以下所描述的一种。通过浆液入口18a将待研磨的材料输送到研磨腔16中，浆液由浆液出口18b离开研磨腔。在研磨腔16内，驱动轴22驱动搅拌器20旋转，从而使研磨介质运动来研磨所装的物料。驱动轴22穿过上壳体40的圆柱孔40a延伸。马达（未示出）与驱动轴22的上端相连，并以所需的转速来驱动驱动轴  
15 22旋转。

根据本发明，驱动轴22包括与主密封件24接触的环形法兰22a，主密封件24密封住壳体和驱动轴之间的孔。为避免污染所装的物料，主密封件24必须由氧化钇稳定的氧化锆（YTZ）或者大于其硬度或基本上是等效硬度的材料构成，这就是Draiswerke Inc.公司搅拌球磨机的改进之处。  
20 YTZ的维氏硬度至少约为11Gpa。由于主密封件24采用了高硬度材料，因此，降低或消除了由于密封件的剥落或磨损而污染填充材料。搅拌器20包括隔离件26，隔离件26与套管28和上隔离件30a接触。隔离件26包括聚合物覆层26a，多个同轴的隔离件30包括聚合物覆层31。在图1所示的实施例中，搅拌器20包括5个同轴的隔离件30a—e，它们分别位于驱

动轴22的不同轴向位置处，且每一个都包括有聚合物覆层31a-e。盘形径向延伸部32（盘32a-e）支承在隔离件30上，并与驱动轴22一起旋转，从而使研磨介质和所装的物料运动。盘32可由不锈钢或陶瓷材料制成，并包括有聚合物覆层33（分别为33a-e）。盘32可有选择地包括通孔34（34a-e），其可将附加的运动传递给研磨介质和所装的物料。盘32和隔离件30沿驱动轴22交替布置，并通过带头螺钉36和锁紧螺母38固定到驱动轴上。锁紧螺母38包括聚合物覆层39以避免污染所装的物料。图2是图1所示位于研磨腔内的聚合物覆层搅拌器沿2-2线的顶部剖视图。参照图1，研磨腔16由固定在入口壳体42上的上壳体40支承。入口壳体42包括聚合物层43以避免污染所装的物料。入口壳体42通过环形夹紧装置48固定到上法兰44上。上法兰44通过带头螺钉46固定在研磨腔外壳10上。

出口壳体60环绕在搅拌器20下方的研磨腔部分周围，在此处收集含有被研磨微粒的浆液，以便浆液与研磨介质分离开并经出口18b从球磨机中排出。出口壳体60通过下法兰52、环形夹紧装置52和带头螺钉54固定在研磨腔外壳10上。出口壳体60支承着与浆液出口18b流体连通的间隙分离器62。本发明的间隙分离器62由填隙片64间隔开预定距离的多个间隙板66组成。间隙分离器将研磨介质与浆液分离开，并使浆液流经浆液出口18b而流出球磨机。如果需要不同大小的介质，就可更换填隙片64来重新调整相邻间隙板66之间的间隙。间隙板66由坚硬而粗糙的陶瓷材料如氧化锆制成。间隙分离器并不承受发生在密封件、搅拌盘和研磨腔内的强烈磨蚀作用，但也会产生一些磨蚀。因此，即使间隙分离器不一定要由象YTZ一样坚硬的材料制成，它也应当由坚硬的陶瓷如氧化锆或者大于或等于其硬度的陶瓷材料制成。氧化锆的硬度（莫氏硬度）至少

约为6.0。间隙分离器62通过包含聚合物衬里69的板68和圆盖螺母74固定在出口壳体60上。出口壳体60由包含聚合物覆层71的下盖70和环形夹紧装置72进行密封。

5 本发明覆层所用的聚合物材料是无着色的聚合物。使用色素会污染结构填充物和所形成的牙齿复合物。附着在研磨腔内表面和搅拌器外表面的无着色或洁净聚合物的厚度至少为0.005英寸。

多种坚硬耐磨的尿烷覆层可用作搅拌研磨机各部件的聚合物覆层。很多这种聚氨酯是通过蓖麻油、一种三元醇与过量的二异氰酸酯反应而制得的，生成的三异氰酸酯通过与大气中的水分反应而进行交联。氨基  
10 甲酸乙酯醇酸也可通过不饱和干性油与甘油反应然后再将其生成物与二异氰酸酯反应来制得。

聚氨酯（或聚异氰酸酯）树脂通过二异氰酸酯与包含至少两个活性氢原子的化合物例如二醇或二胺反应来制得。通常使用甲苯二异氰酸酯（TDI）、二苯基甲烷二异氰酸酯（MDI）和六甲撑二异氰酸酯（HDI）。

15 共有三种主要的聚氨酯合成弹性体。一种是利用多羟基化合物或胺链增和交联的醚类或酯类预聚物，或者引入不饱和基来与普通的硫化剂如过氧化物进行硫化。所有这些都可通过用于处理橡胶的普通方法来进行处理。第二种可通过首先浇注预聚物与链增交联剂的混合物，然后再通过加热进一步交联来制得。第三种可通过双羟基酯类或醚类预聚物或  
20 二酸与二异氰酸酯如二苯基甲烷二异氰酸酯和二醇反应来制得；这些热塑性合成弹性体可在普通的塑料设备中进行处理。通常，尽管酸、碱和蒸汽可使尿烷合成弹性体的性能降低，但其仍具有突出的机械性能和抵抗臭氧的能力。本发明覆层的优选聚氨酯材料是肖氏A硬度值为90—95

的聚酯基聚氨酯，例如：可从Thistle Roller Co., Montebello, CA购买到的牌号为U9500HPLS的聚酯基聚氨酯。

本发明搅拌研磨机的聚合物覆层也可采用含氟弹性体。基于1,1-二氟乙烯和六氟丙烯共聚物的含氟弹性体通常包括重复的结构--CF<sub>2</sub>--CH<sub>2</sub>--  
5 CF<sub>2</sub>--CF(CF<sub>3</sub>)--。这种含氟弹性体可以是位于Wilmington, Delaware的杜邦公司生产的商品名为VITON的含氟弹性体。含氟弹性体可承受230℃以上的温度，并耐磨、耐润滑剂和大多数溶剂。

本发明的搅拌研磨机特别适用于形成平均微粒大小约为0.05—0.50 μm的用作补牙结构填充物的微粒。用于本发明的结构填充物包括  
10 钡镁铝硅酸盐玻璃、钡铝硼硅酸盐玻璃、无定形硅石、二氧化硅-氧化锆、二氧化硅-二氧化钛、二氧化硅二氧化钛氧化钡、石英、氧化铝和其它无机氧化物微粒。

为使被研磨微粒的平均大小小于0.5 μm，本发明的研磨机彻底地将微粒粉碎。本发明研磨机所进行的粉碎通过使微粒与凝块分离来破解被  
15 研磨微粒，减小微粒的大小，通过破解来消除大的微粒，并通过形成大量的细小微粒来增大微粒的比表面积。本发明搅拌研磨机所造成的微粒尺寸的减小是由于受到研磨介质的冲击、与研磨介质发生研磨和微粒的相互摩擦的综合作用造成的。本发明的搅拌研磨机最好是利用YTZ或Y—TZP介质，对于含有700克微粒的20%浆液而言，其可在大约2.5—3小  
20 小时内生产出平均微粒尺寸约为0.05—0.5 μm的高纯度微粒。将微粒研磨到所需尺寸所需要的时间由很多因素决定，例如：微粒的尺寸和数量、研磨介质的尺寸和数量以及转速。

## 示例

为制备用于牙齿复合物内的结构填充物，将待磨的填充物材料例如钡铝硼硅酸盐玻璃（如SP-345型，Specialty Glass, Oldsmar FL）装入含有YTZ研磨介质的本发明搅拌球磨机中。

总容量为一升的搅拌研磨机（可从Draiswerk Inc., Mahwah, New Jersey购买到，型号为PML-H/V）根据本发明被改进，以包括洁净的聚氨酯覆层搅拌器和研磨腔、YTZ主密封件和YTZ间隙分离器，如上所述。牌号为U9500HPLS的洁净聚氨酯覆层由Thistle Roller Co., Montebello, CA提供。

将Y-TZP介质充入到搅拌研磨机容积的70%，然后测试三种方法（A、B和C）。方法A使用大小为0.65mm的研磨介质，方法B使用大小为0.40mm的研磨介质。利用蠕动泵以每小时20-30升的速度使在水中含有700克345目（20-30  $\mu$ m）钡铝硅酸盐玻璃（SP-345，可从Specialty Glass, Oldsmar, Florida购买到）的20%浆液在研磨机中循环流动并流向外部冷却水槽。搅拌器以10m/sec的稍速工作3小时。在方法C中，采用方法A所用的浆液，然后向研磨机充入0.20mm的Y-TZP研磨介质到其容积的70%，重复该过程1.5小时。在研磨过程中，通过与研磨介质碰撞，与研磨介质摩擦以及微粒相互摩擦，从而在结构填充物微粒上形成粗糙的边角面。这些边中的每一个为树脂提供了附着位置，从而增强了固化复合物的整体强度。

当从研磨机中排出20%的填充物浆液时，通常利用激光散射来测量微粒的平均尺寸。激光散射是一种通过测量散射光的平均相对角强度来测量微粒的平均尺寸的方法。具有均匀波阵面的一束单色光照射到试样上，微粒使光发生衍射或散射，检测器用于测量散射光在各个角度的相对平均强度。然后由相对平均强度计算出微粒的平均尺寸和尺寸分布。

Schmitz等人的US5, 610, 712就公开了这样一种激光散射装置，这里作为参考对其进行引用。对于本示例，可使用Horiba 2A-910型激光散射微粒平均尺寸分析仪。表1列出了由方法A、B和C所制备的结构填充物的微粒尺寸范围。表1表明，对于方法A，按体积10%的填充物微粒的微粒平均尺寸小于 $0.40\ \mu\text{m}$ ，按体积50%的填充物微粒的微粒平均尺寸小于 $0.62\ \mu\text{m}$ ，按体积90%的填充物微粒的微粒平均尺寸小于 $0.82\ \mu\text{m}$ 。

表1

微粒平均尺寸（微米）

体积	A	B	C
10%	$0.40\ \mu\text{m}$	$0.27\ \mu\text{m}$	$0.24\ \mu\text{m}$
50%	$0.62\ \mu\text{m}$	$0.47\ \mu\text{m}$	$0.36\ \mu\text{m}$
90%	$0.82\ \mu\text{m}$	$0.76\ \mu\text{m}$	$0.61\ \mu\text{m}$

10 利用方法B和C研磨的微粒作为结构填充物制成的牙齿复合物提供了用于承载修复的高强度修复物，而且还具有良好的半透明度和表面光泽，可用于美容修复。利用方法A、B和C制备的结构填充物制成的牙齿复合物的各种性能都测量并记载在C. Angeletakis等人在同一申请日申请的题为“最佳粒子尺寸的混合型复合物”的美国专利US6, 121, 344中，  
15 这里作为参考对其进行引用。在修补进行之后再约定6个月或更长时间进行观察，即使在基本磨损之后，光泽仍然是明显的。通过使用由本发明搅拌研磨机研磨的且微粒平均尺寸小于光波长的结构填充物微粒，就可制成具有高表面光泽和半透明度且具有高强度的牙齿复合物。

20 尽管通过各实施例对本发明进行了阐述且非常详细地描述了这些实施例，但这并不是为了限制本发明或将权利要求书所限定的范围限制到

这种具体实施方式。本发明另外的优点和改进对本领域技术人员来说是不言自明的。例如，聚氨酯和含氟聚合物被列为适当的聚合物覆层，但任何惰性、耐磨、洁净的覆层也是适当的。从广义而言，本发明并不局限于所描述和显示的这些特定结构和典型合成物。这里虽然对本发明和  
5 目前所知的优选覆层合成物进行了描述，但本发明应当仅仅由本发明的权利要求书进行限定。



# 说明书附图

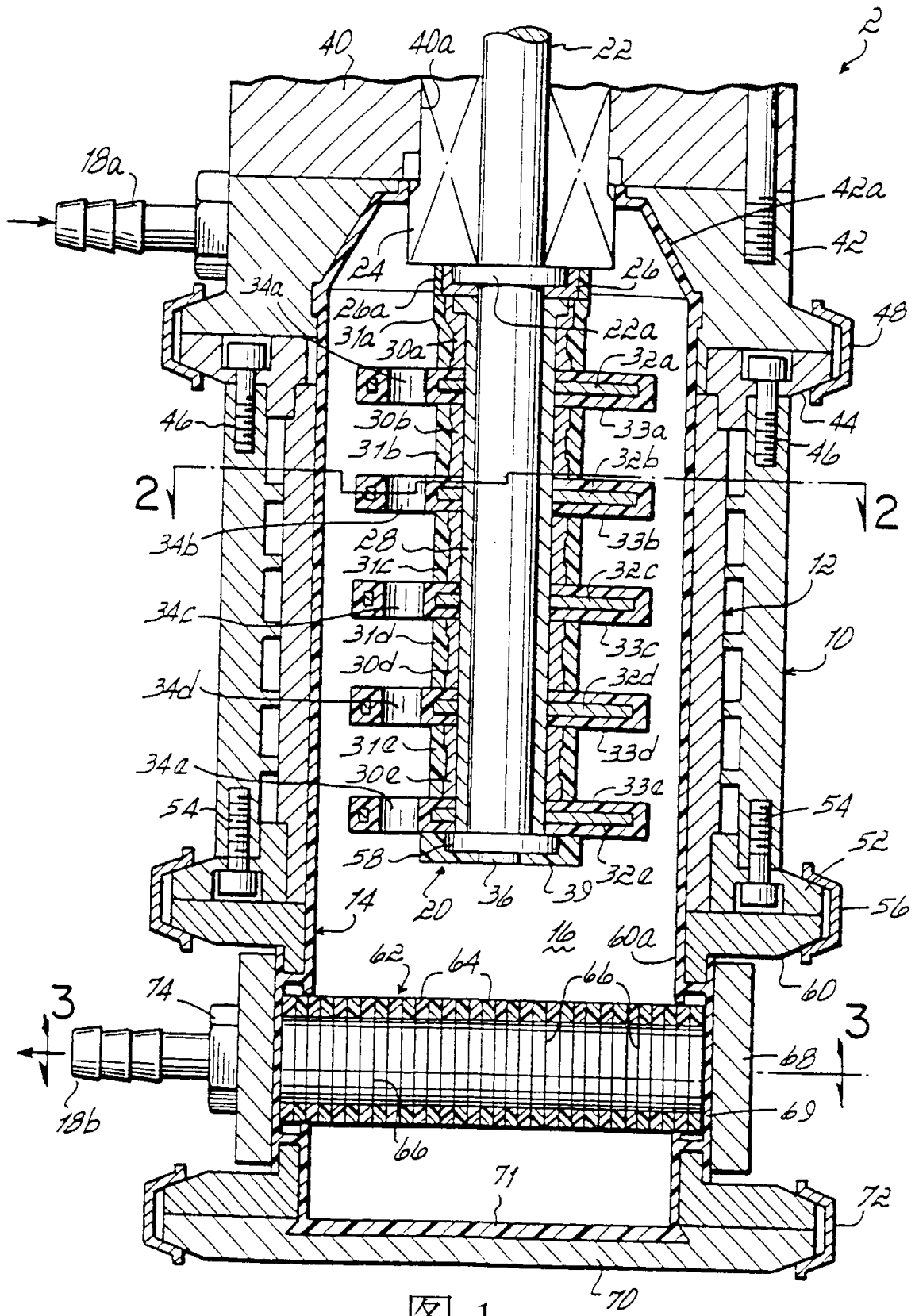


图 1

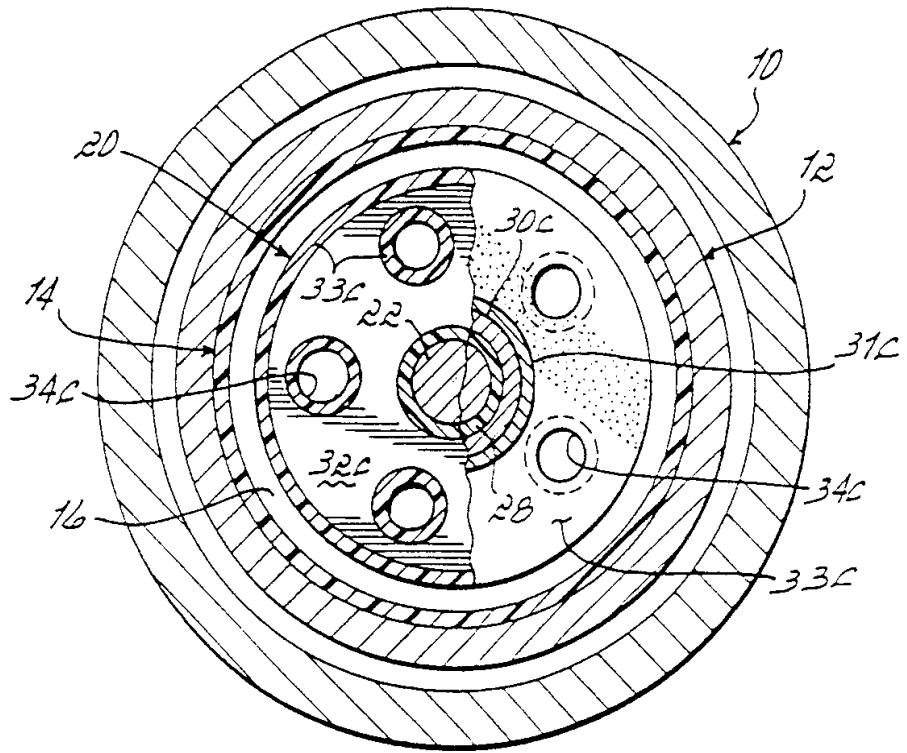


图 2

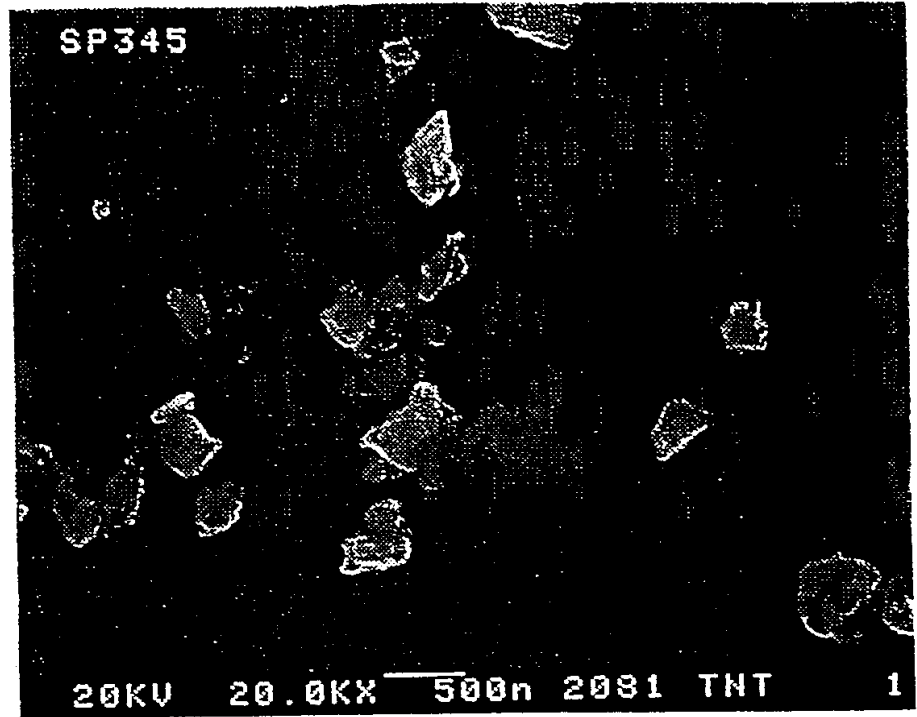


图 3A

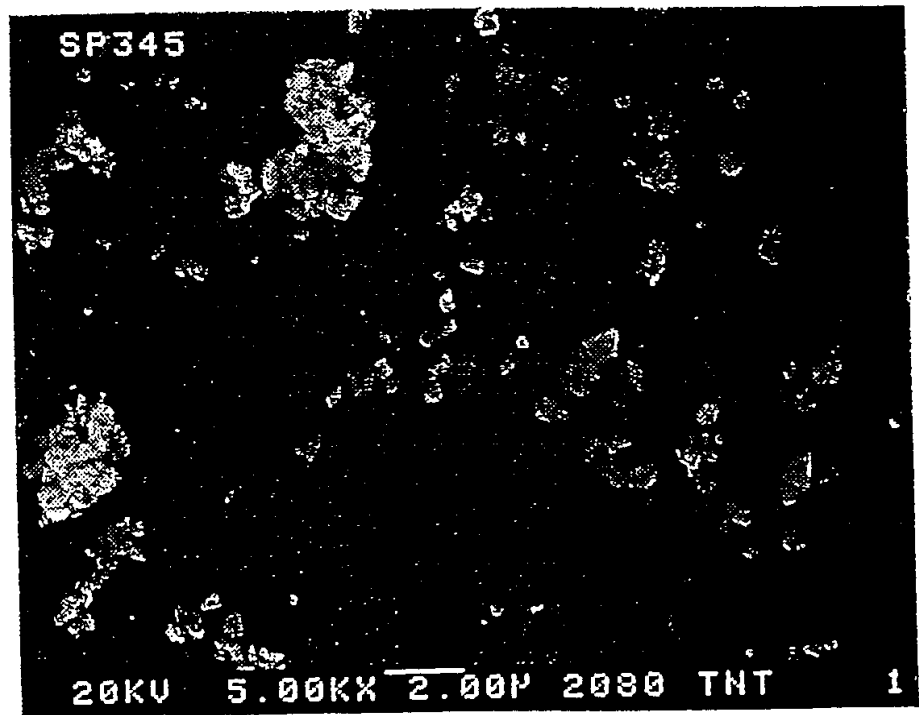


图 3B

