

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

①① N° de publication :

**2 797 396**

(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

②① N° d'enregistrement national :

**00 10484**

⑤① Int Cl<sup>7</sup> : A 61 K 6/06, A 61 K 6/08

①②

**DEMANDE DE BREVET D'INVENTION**

**A1**

②② Date de dépôt : 09.08.00.

③① Priorité : 10.08.99 JP 99226354.

④③ Date de mise à la disposition du public de la  
demande : 16.02.01 Bulletin 01/07.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche préliminaire : *Ce dernier n'a pas été  
établi à la date de publication de la demande.*

⑥① Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

⑦① Demandeur(s) : GC CORPORATION — JP.

⑦② Inventeur(s) : OKADA KAORI et HIROTA KAZUO.

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire(s) : CABINET MALEMONT.

⑤④ PROCÉDE POUR FAIRE DURCIR UN CIMENT DENTAIRE VERRE-IONOMERE.

⑤⑦ Procédé pour faire durcir un ciment dentaire verre-  
ionomère, comprenant l'irradiation lumineuse dudit ciment  
pour en accélérer le durcissement initial, ledit ciment com-  
prenant une poudre de verre à base de fluoroaluminosilica-  
te, un poly (acide carboxylique) et de l'eau.

**FR 2 797 396 - A1**



La présente invention concerne un procédé pour faire durcir un ciment dentaire verre-ionomère utilisé pour réparer une dent au cours d'un soin dentaire ou analogue.

Divers ciments dentaires sont généralement utilisés pour soigner les dents. Des exemples représentatifs comprennent un ciment contenant du phosphate de zinc dans lequel de l'oxyde de zinc est mis à réagir avec de l'acide phosphorique, un ciment contenant un carboxylate dans lequel on met à réagir de l'oxyde de zinc avec un poly(acide carboxylique), un ciment contenant une résine en ayant recours à la polymérisation d'un monomère acrylique, un ciment contenant de l'hydroxyde de calcium dans lequel on met à réagir de l'hydroxyde de calcium avec un composant huileux, un ciment contenant de l'eugénol et de l'oxyde de zinc dans lequel on met à réagir de l'oxyde de zinc avec de l'eugénol, et un ciment verre-ionomère comprenant une poudre de verre de fluoroaluminosilicate et un poly(acide carboxylique).

Ces ciments dentaires sont largement utilisés pour les soins dentaires. De manière plus spécifique, ils sont largement utilisés pour sceller une prothèse dentaire, par exemple une couronne, un plombage, et un bridge, ou pour sceller un dispositif orthodontique et une dentine, pour combler une cavité dentaire, pour sceller les trous et les fissures dans l'émail, pour déposer un revêtement sur une dent et pour en reconstruire la base et le centre.

Parmi ceux-ci, le ciment dentaire verre-ionomère a une biocompatibilité supérieure, il possède des propriétés d'adhérence sur une structure dentaire, après durcissement, il est translucide et présente un meilleur aspect esthétique, et il présente l'avantage de libérer

progressivement, après la prise (durcissement), du fluor au bout d'un certain laps de temps, ce qui fait qu'on peut s'attendre à une fonction de résistance aux caries. Par conséquent, le ciment dentaire verre-ionomère est un  
5 ciment dentaire qui est le plus généralement utilisé dans de nombreuses applications en dentisterie.

Ce ciment dentaire verre-ionomère est un ciment dentaire dans lequel une poudre de verre de fluoroaluminosilicate et un poly(acide carboxylique), en  
10 tant que composants principaux, provoquent une réaction de durcissement (prise) en présence d'eau et durcissent. De manière plus spécifique, une solution aqueuse de poly(acide acrylique) influe sur la poudre de verre de fluoroaluminosilicate de telle sorte qu'elle libère des  
15 ions métalliques (par exemple des ions de métaux alcalins, des ions de métaux alcalino-terreux, et des ions d'aluminium) dans le verre, qui subissent ensuite une liaison ionique à un groupe carboxyle de poly(acide acrylique), afin de former une structure de réticulation,  
20 ce qui provoque la gélification et le durcissement (cette réaction sera quelquefois appelée dans ce qui suit "réaction ionomère"). On sait également que le ciment dentaire ionomère reste le siège de la réaction ionomère après le durcissement initial, de telle sorte que la  
25 résistance à la compression du produit durci de ce ciment augmente progressivement pendant un an après le début du durcissement.

De plus, il a été développé un type de renforcement par de la résine pour un ciment dentaire verre-ionomère  
30 dans lequel un ciment dentaire verre-ionomère est combiné avec un monomère polymérisable, en faisant appel à une réaction de polymérisation du monomère en combinaison

avec la réaction ionomère. Ce type de renforcement par de la résine d'un ciment dentaire verre-ionomère conduit à une amélioration en termes de résistance mécanique telle que la résistance à la flexion et les propriétés d'adhérence à une structure dentaire, par rapport au ciment dentaire verre-ionomère classique qui n'est soumis à un durcissement que sous l'effet de la seule réaction ionomère.

Le procédé pour faire durcir le ciment dentaire verre-ionomère est globalement réalisé de la manière suivante. La poudre de verre de fluoroaluminosilicate et la solution aqueuse de poly(acide acrylique) sont respectivement pesées et mélangées selon un rapport adapté sur un support de mélange à usage exclusif à l'aide d'un instrument, par exemple une spatule ; ou des quantités prescrites de poudre de verre de fluoroaluminosilicate et de solution aqueuse de poly(acide acrylique) sont respectivement pesées et introduites dans une capsule avec séparation de manière à ce que la poudre de verre de fluoroaluminosilicate et la solution aqueuse de poly (acide acrylique) soient isolées l'une de l'autre, et au moment de les utiliser, la séparation est rompue pour mélanger la poudre de verre de fluoroaluminosilicate et la solution de poly(acide acrylique) à l'aide d'un mélangeur de capsule ou analogue. Le mélange obtenu est disposé dans ou appliqué dans une cavité, un trou ou une fissure de l'émail. Certains produits qui sont également disponibles comprennent un ionomère dentaire hydraulique dans lequel un mélange d'une poudre de verre de fluoroaluminosilicate et d'une poudre de poly(acide acrylique) est prévu pour subir un durcissement lorsqu'il est mélangé à de l'eau.

Par conséquent, les ciments verre-ionomère selon la présente invention comprennent la poudre de verre de fluoroaluminosilicate, le poly(acide carboxylique) et de l'eau pour le durcissement.

5           Comme cela est décrit ci-dessus, étant donné que le ciment dentaire verre-ionomère utilise la réaction ionomère, un laps de temps est nécessaire pour le durcissement initial. Ainsi, il est impossible d'effectuer l'opération clinique suivante avant que le  
10 durcissement initial ne se soit produit. En outre, on soulignera que le ciment dentaire verre-ionomère présente un défaut appelé "sensibilisation à l'eau", c'est-à-dire qu'avant ou après le durcissement initial, lorsqu'une surface du mélange de ciment dentaire verre-ionomère  
15 vient en contact avec de l'eau, des ions métalliques sont élués pendant la réaction de durcissement, ou la teneur en eau augmente, moyennant quoi la surface du ciment devient trouble ou friable, ce qui conduit finalement à une diminution des performances de surface après le  
20 durcissement. Ceci est dû à la réaction ionomère du ciment dentaire verre-ionomère qui est une réaction acide/base entre le verre de fluoroaluminosilicate (base) et le poly(acide carboxylique) (groupe acide) en présence d'eau et est influencée de manière sensible par l'eau  
25 provenant de l'extérieur.

Afin de surmonter ce défaut, on a pris la mesure suivante. Le ciment dentaire verre-ionomère a, avant le durcissement initial, été introduit et appliqué soigneusement, de telle sorte qu'il ne vienne pas en  
30 contact avec de l'eau provenant de l'extérieur telle que la salive, puis un matériau étanche à l'humidité appelé "vernis", tel que des matériaux à base de résine, est

appliqué et séché pour former une pellicule de revêtement sur la surface du ciment dentaire verre-ionomère, afin de réaliser une opération de protection contre l'humidité pendant 20 à 25 minutes lors du durcissement initial.

5 Un objet de la présente invention est de proposer un procédé pour faire durcir un ciment dentaire verre-ionomère, par lequel le ciment dentaire verre-ionomère est rendu à peine sensible à l'eau, même sans empêcher la sensibilisation à l'eau avec un vernis, et la durée de  
10 sensibilisation à l'eau et le temps de durcissement initial peuvent être raccourcis.

Les inventeurs de la présente invention se sont concentrés sur le fait que la réaction ionomère mise en œuvre pour le ciment dentaire verre-ionomère est sensible  
15 et réagit à un changement de température, de telle sorte que la réaction de durcissement est rapidement favorisée, même lorsqu'une légère augmentation de température se produit, et ils ont fait des recherches approfondies et intensives. Il a ainsi été découvert que la durée de  
20 sensibilisation à l'eau et le temps de durcissement initial peuvent être raccourcis en irradiant le ciment dentaire verre-ionomère avec une lumière, ce qui aboutit à la réalisation de la présente invention.

De manière plus spécifique, la présente invention  
25 concerne un procédé pour faire durcir un ciment dentaire verre-ionomère en irradiant par une lumière pour accélérer le durcissement initial, le ciment comprenant une poudre de verre de fluoroaluminosilicate, un poly(acide carboxylique) et de l'eau.

30 Dans le procédé pour faire durcir un ciment dentaire verre-ionomère selon la présente invention, on préfère que la lumière destinée à irradier le ciment ait une

longueur d'onde comprise dans la plage allant de 320 à 3000 nm, que l'intensité d'irradiation de la lumière soit comprise dans la plage allant de 200 à 3000 mW/cm<sup>2</sup>, et que le temps d'irradiation de la lumière soit compris  
5 dans la plage allant de 1 à 180 secondes.

Le procédé pour faire durcir un ciment dentaire verre-ionomère selon la présente invention est un procédé pour faire durcir le ciment dentaire verre-ionomère décrit ci-dessus en l'irradiant avec une lumière de  
10 manière à accélérer le durcissement initial, le ciment comprenant de la poudre de verre de fluoroaluminosilicate, le poly(acide carboxylique) et de l'eau. Par rapport au procédé de durcissement dans lequel on ne réalise pas d'irradiation par une lumière, le  
15 procédé de durcissement selon la présente invention permet de raccourcir la durée de sensibilisation à l'eau et le temps de durcissement initial seulement en irradiant le ciment avec une lumière pendant une durée allant de quelques secondes à quelques minutes sans  
20 réaliser d'opération particulière pour prévenir la sensibilisation à l'eau y compris l'application d'un vernis et le séchage. En outre, selon le procédé de durcissement de la présente invention, puisque la composition du ciment dentaire verre-ionomère est  
25 inchangée, les caractéristiques supérieures du ciment dentaire ionomère peuvent être conservées telles quelles.

Avant la présente invention, un phénomène n'avait pas attiré l'attention, phénomène dans lequel, lorsque le ciment dentaire verre-ionomère comprenant la poudre de  
30 verre de fluoroaluminosilicate, le poly(acide carboxylique) et l'eau, est irradié par une lumière, la réaction ionomère est favorisée, moyennant quoi le ciment

dentaire verre-ionomère durcit, et ce en dépit du fait qu'on utilise depuis longtemps un ciment dentaire ionomère du type à photopolymérisation qui subit un durcissement initial par photopolymérisation.

5 La raison à cela peut être expliquée de la manière suivante. Dans le domaine dentaire, il était traditionnellement de pratique courante d'irradier une résine composite dentaire du type à photopolymérisation ou un ciment dentaire verre-ionomère du type à  
10 photopolymérisation avec une lumière pour lui faire subir une photopolymérisation dans le but de la/le faire durcir. Ces matériaux dentaires contiennent toujours un initiateur de photopolymérisation tel que la camphoquinone et un monomère polymérisable. L'initiateur  
15 de photopolymérisation est activé par le rayonnement lumineux, faisant ainsi subir une réaction de polymérisation au monomère polymérisable pour faire durcir la résine ou le ciment. Par conséquent, l'irradiation lumineuse était essentielle.

20 Par ailleurs, dans le procédé pour faire durcir le ciment dentaire verre-ionomère selon la présente invention, la température du ciment dentaire verre-ionomère comprenant la poudre de verre de fluoroaluminosilicate, le poly(acide carboxylique) et  
25 l'eau augmente avec l'irradiation par une lumière, ce qui favorise la réaction ionomère pour faire durcir le ciment dentaire verre-ionomère. Par conséquent, un grand avantage est conféré au ciment dentaire verre-ionomère ne comprenant ni initiateur de photopolymérisation, ni  
30 monomère polymérisable mélangé à celui-ci.

Le ciment dentaire verre-ionomère qui est utilisé dans la présente invention fait partie d'un ensemble de



ciments ayant un mécanisme dans lequel la poudre de verre de fluoroaluminosilicate et le poly(acide carboxylique) sont le siège d'une réaction de durcissement (c'est-à-dire la réaction ionomère) en présence d'eau, moyennant  
5 quoi le ciment durcit. Le procédé de durcissement selon la présente invention est efficace pour des ciments dentaires verre-ionomère de type classique ne contenant pas de monomère polymérisable, dans lesquels le durcissement ne se produit que par la réaction ionomère ;  
10 des ciments dentaires verre-ionomère servant de base, comprenant un ciment dentaire verre-ionomère de type classique auquel on a ajouté un métal ; des ciments dentaires verre-ionomère du type à renforcement par résine comprenant un ciment dentaire verre-ionomère du  
15 type classique ayant un monomère polymérisable mélangé à celui-ci ; et analogues.

La poudre de verre de fluoroaluminosilicate qui est utilisée dans le ciment dentaire verre-ionomère général a une composition principale de 10 à 25 % en poids de  $Al^{3+}$ ,  
20 de 5 à 30 % en poids de  $Si^{4+}$ , de 1 à 30 % en poids de  $F^-$ , de 0 à 20 % en poids de  $Sr^{2+}$ , de 0 à 20 % en poids de  $Ca^{2+}$ , et de 0 à 10 % en poids d'un ion de métal alcalin (par exemple,  $Na^+$ ,  $K^+$ , etc.), sur la base du poids total du verre. La matière première contenant ces ions  
25 métalliques est mélangée et fondue, puis refroidie et pulvérisée pour préparer une poudre ayant une granulométrie moyenne d'environ 0,02 à 20  $\mu m$ .

Le poly(acide carboxylique), auquel il est fait référence ici, est un polymère d'un acide  
30 monocarboxylique à insaturation  $\alpha, \beta$  ou d'un acide dicarboxylique à insaturation  $\alpha, \beta$  et est généralement un copolymère ou un homopolymère ayant une masse moléculaire

moyenne en poids de 5000 à 40000, d'acide acrylique, d'acide méthacrylique, d'acide 2-chloroacrylique, d'acide 3-chloroacrylique, d'acide aconitique, d'acide mésaconique, d'acide maléique, d'acide itaconique, 5 d'acide fumarique, d'acide glutaconique, d'acide citraconique ou analogue.

De plus, si on le souhaite, le ciment dentaire verre-ionomère général est additionné d'inhibiteurs de polymérisation connus, d'absorbeurs de lumière 10 ultraviolette, de plastifiants, de pigments colorants, d'antioxydants, de fongicides, de tensioactifs, etc.

Des exemples du dispositif qui peut être utilisé pour l'irradiation lumineuse dans la présente invention sont ceux qui utilisent une source de lumière en mesure 15 d'émettre une lumière ayant une longueur d'onde de 320 à 3000 nm, qui sont actuellement largement utilisés en dentisterie, y compris un dispositif générant une lumière infrarouge, une lumière visible ou une lumière ultraviolette. Lorsque la longueur d'onde est inférieure 20 à 320 nm, la lumière a un effet néfaste sur l'organisme et ainsi, cette longueur d'onde n'est pas préférée. Par ailleurs, une lumière ayant une région de longueur d'onde dépassant 3000 nm a une action faible pour favoriser la réaction de durcissement du ciment dentaire verre- 25 ionomère. Parmi ceux-ci, il est facile et souhaitable pour un dentiste d'utiliser un dispositif produisant une lumière visible et capable d'émettre un rayonnement avec une lumière ayant une longueur d'onde de 390 à 510 nm, qui est généralement utilisée pour polymériser le ciment 30 verre-ionomère du type à renforcement par résine ou la résine composite.

Dans le procédé pour faire durcir le ciment dentaire verre-ionomère selon la présente invention, puisque l'irradiation avec une lumière ayant une longueur d'onde de 320 à 3000 nm augmente la température du ciment dentaire verre-ionomère dans un intervalle de temps approprié et favorise la réaction de durcissement, on préfère réaliser l'irradiation lumineuse à une intensité d'irradiation d'au moins 200 mW/cm<sup>2</sup>. En tenant compte de la fonctionnabilité, on préfère que la durée de l'irradiation lumineuse soit aussi courte que possible. Toutefois, afin de tirer avantage de l'irradiation lumineuse, dans le cas où on utilise le dispositif d'irradiation lumineuse décrit ci-dessus, le temps d'irradiation lumineuse doit être d'au moins 1 seconde. Par ailleurs, puisque le temps de durcissement initial du ciment dentaire verre-ionomère général est de 4 minutes à 8 minutes, on préfère effectuer l'irradiation lumineuse en 180 secondes.

Un exemple d'utilisation du procédé pour faire durcir le ciment dentaire verre-ionomère selon la présente invention va être décrit ci-dessous.

1. Tout d'abord, on comble une dent dans laquelle une carie ou analogue est éliminée par une préparation adaptée pour former une cavité, au moyen d'un ciment dentaire verre-ionomère ; en variante, on applique ce ciment sur une dent. Le ciment mis en oeuvre a été mélangé manuellement, avec un mélangeur à capsule, etc. Dans le cas où le ciment dentaire verre-ionomère est utilisé pour le remplissage, le mélange à peine dur est introduit dans la cavité ; dans le cas où il est utilisé comme matériau de scellement, le ciment ayant une

fluidité élevée est appliqué dans des trous ou des fissures de l'émail.

2. Ensuite, le ciment dentaire verre-ionomère introduit ou appliqué est irradié par une lumière. Bien que, au moment d'arrêter l'irradiation par la lumière, il ne soit pas toujours nécessaire d'achever le durcissement initial du ciment dentaire verre-ionomère, dans le cas où le ciment dentaire verre-ionomère est utilisé comme matériau de scellement, on préfère que son durcissement initial soit achevé.

3. Après que le ciment dentaire verre-ionomère utilisé pour le remplissage a achevé son durcissement initial, la surface est polie pour réaliser la dernière finition. Bien que le temps de polissage varie en fonction du type de matériau utilisé, dans le cas où on effectue l'irradiation par la lumière, le polissage peut être réalisé plus tôt qu'à l'ordinaire car la durée de sensibilisation à l'eau est apparemment plus raccourcie par rapport au cas où l'irradiation par la lumière n'a pas été effectuée.

Le procédé pour faire durcir le ciment dentaire verre-ionomère selon la présente invention va être décrit plus en détail en faisant référence aux exemples suivants.

On notera que l'ensemble des quatre ciments dentaires verre-ionomère utilisés dans les exemples et les exemples comparatifs sont des ciments dentaires verre-ionomère qui ne durcissent que par réaction de la poudre de verre de fluoroaluminosilicate et du poly(acide carboxylique) en présence d'eau, qui ne contiennent pas de monomère polymérisable.

Exemple 1

Un ciment dentaire verre-ionomère du type disponible dans le commerce (nom du produit : Fuji Ionomer Type II, fabriqué par GC Corporation) a été mélangé dans un rapport pondéral poudre/liquide de 2,7:1 pendant 30 secondes, puis disposé dans un anneau fabriqué en résine acrylique ayant un diamètre de 10 mm et une hauteur de 5 mm. Un plateau en Celluloïd transparent a été placé sur et mis en contact avec l'anneau en résine acrylique, et une minute après le début du mélange, on a dirigé une lumière sur le plateau en Celluloïd pendant 20 secondes au moyen d'un dispositif générant une lumière visible (nom du produit : GC LABOLIGHT VL-II, fabriqué par GC Corporation, longueur d'onde de 400 à 520 nm, intensité du rayonnement : 780 mW/cm<sup>2</sup>). Immédiatement après l'irradiation lumineuse, on a retiré le plateau en Celluloïd, et l'échantillon, en même temps que l'anneau en résine acrylique, a été plongé dans de l'eau à 37°C. D'autres échantillons ont été irradiés chacun avec une lumière de la même manière et on les a laissés dans une salle pendant 2 minutes (dans ce cas, 40 secondes après l'irradiation lumineuse), 3 minutes, 4 minutes, et ensuite, à chaque fois une minute de plus après le début du mélange jusqu'à un total de 30 minutes. Puis, les échantillons ont été plongés chacun dans de l'eau à 37°C. 24 heures plus tard, chaque échantillon a été retiré de l'eau, séché et ensuite observé visuellement pour détecter la présence d'un trouble à la surface de l'échantillon dû à la sensibilisation à l'eau. La durée pendant laquelle un trouble de l'échantillon n'a pas été observé après le début du mélange a été considérée comme étant la durée de sensibilisation à l'eau. En outre, la

durée de sensibilisation à l'eau a été mesurée de la même manière, à l'exception du fait que le temps d'irradiation lumineuse est passé à 40 secondes et à 60 secondes respectivement. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 1.

En ce qui concerne le ciment dentaire verre-ionomère mélangé dans le procédé décrit ci-dessus, l'irradiation lumineuse a été effectuée pendant 20 secondes, 40 secondes et 60 secondes, respectivement. Le temps de durcissement initial à partir du début du mélange, y compris le temps d'irradiation lumineuse, a été mesuré conformément l'"Essai de temps de durcissement 5.4" de JIS T-6607 (ciment dentaire verre-polyalcénol). Les résultats obtenus sont également présentés dans le tableau 1.

#### Exemple 2

Un ciment dentaire verre-ionomère du type disponible dans le commerce (nom du produit : Ketac-Cem, fabriqué par Espe AG) a été mélangé selon un rapport pondéral poudre/liquide de 2:1 et évalué en termes de durée de sensibilisation à l'eau de la surface d'un échantillon et de temps de durcissement initial de la même manière que dans l'exemple 1. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 1.

#### Exemple 3

Un ciment dentaire verre-ionomère du type disponible dans le commerce (nom du produit : Fuji IX GP, fabriqué par GC Corporation) a été mélangé selon un rapport pondéral poudre/liquide de 3,6:1 et évalué en termes de durée de sensibilisation à l'eau de la surface d'un échantillon et de temps de durcissement initial de la

même manière que dans l'exemple 1. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 1.

#### Exemple 4

Un ciment dentaire verre-ionomère du type disponible dans le commerce (nom du produit : Ketac-Molar (capsule), fabriqué par Espe AG) a été mélangé à l'aide d'un mélangeur de capsule CM-1 (fabriqué par GC Corporation) et évalué en termes de durée de sensibilisation à l'eau de la surface d'un échantillon et de temps de durcissement initial de la même manière que dans l'exemple 1. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 1.

Tableau 1

	Durée de sensibilisation à l'eau			Temps de durcissement initial		
	Irradiation lumineuse pendant 20 secondes	Irradiation lumineuse pendant 40 secondes	Irradiation lumineuse pendant 60 secondes	Irradiation lumineuse pendant 20 secondes	Irradiation lumineuse pendant 40 secondes	Irradiation lumineuse pendant 60 secondes
Exemple 1	10 minutes	7 minutes	2 minutes	4 minutes	3 minutes	Lorsque l'irradiation s'achève, le durcissement initial a déjà débuté
Exemple 2	3 minutes	Jusqu'à juste après l'irradiation, aucune sensibilisation à l'eau n'est apparue	Jusqu'à juste après l'irradiation, aucune sensibilisation à l'eau n'est apparue	2 minutes et 15 secondes	Lorsque l'irradiation s'achève, le durcissement initial s'est déjà produit	Lorsque l'irradiation s'achève, le durcissement initial s'est déjà produit
Exemple 3	5 minutes	Jusqu'à juste après l'irradiation, aucune sensibilisation à l'eau n'est apparue	Jusqu'à juste après l'irradiation, aucune sensibilisation à l'eau n'est apparue	3 minutes et 45 secondes	Lorsque l'irradiation s'achève, le durcissement initial s'est déjà produit	Lorsque l'irradiation s'achève, le durcissement initial s'est déjà produit
Exemple 4	12 minutes	8 minutes	5 minutes	4 minutes et 30 secondes	3 minutes et 45 secondes	3 minutes

Exemples comparatifs 1 à 4

En utilisant les mêmes ciments dentaires verre-ionomère disponibles dans le commerce que dans les exemples 1 à 4, des essais ont été réalisés de la même manière que dans l'exemple 1, à l'exception du fait qu'aucune irradiation lumineuse n'a été réalisée et que les échantillons ont été plongés chacun dans de l'eau à 37°C pendant 10 minutes, 11 minutes et ensuite, à chaque une minute de plus après le début du mélange jusqu'à un total de 30 minutes, pour mesurer la durée de sensibilisation à l'eau et le temps de durcissement initial. Les résultats obtenus sont résumés et présentés dans le tableau 2.

15

Tableau 2

	Durée de sensibilisation à l'eau	Temps de durcissement initial
Exemple comparatif 1	20 minutes	7 minutes
Exemple comparatif 2	15 minutes	6 minutes
Exemple comparatif 3	17 minutes	6 minutes et 30 secondes
Exemple comparatif 4	25 minutes	7 minutes et 45 secondes

Comme cela ressort clairement des exemples et des exemples comparatifs, on peut comprendre que puisque le procédé pour faire durcir le ciment dentaire verre-ionomère selon la présente invention peut favoriser le durcissement initial du ciment dentaire verre-ionomère, il est efficace pour prévenir la sensibilisation à l'eau sans effectuer d'opération particulière destinée à prévenir la sensibilisation à l'eau à l'aide d'un vernis ou analogue.

25



De plus, puisque, par le procédé pour faire durcir le ciment dentaire verre-ionomère selon la présente invention, la durée de sensibilisation à l'eau et le temps de durcissement initial peuvent être raccourcis par le temps d'irradiation avec une lumière, un opérateur  
5 peut régler le temps de durcissement initial. Par conséquent, cette invention contribue dans une large mesure aux soins dentaires.

REVENDEICATIONS

1. Procédé pour faire durcir un ciment dentaire verre-  
ionomère, caractérisé en ce qu'il comprend l'irradiation  
lumineuse dudit ciment pour en accélérer le durcissement  
5 initial, ledit ciment comprenant une poudre de verre de  
fluoroaluminosilicate, un poly(acide carboxylique) et de  
l'eau.
  
2. Procédé pour faire durcir un ciment dentaire verre-  
ionomère selon la revendication 1, caractérisé en ce que  
10 la lumière d'irradiation a une longueur d'onde comprise  
dans la plage allant de 320 à 3000 nm.
  
3. Procédé pour faire durcir un ciment dentaire verre-  
ionomère selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce  
15 que l'intensité d'irradiation de la lumière est comprise  
dans la plage allant de 200 à 3000 mW/cm<sup>2</sup>, et le temps  
d'irradiation de la lumière est compris dans la plage  
allant de 1 à 180 secondes.