

М. И. Кузьменков, профессор; И. А. Богданович, науч. сотрудник

РАЗРАБОТКА СОСТАВА И ПРОЦЕССА ПОЛУЧЕНИЯ СТОМАТОЛОГИЧЕСКОГО ЦЕМЕНТА «АКВАСИЛ»

The article dwells upon the composition of the bioactive glass ion-measured stomatology cement «Aquasyl», which is to be used to fill in root canals. Polyacrylic acid, alumoflorinesilicate glass and a bioactive additive are constituents of the cement. They have been studied to reveal the synthesis parameters. Technical properties of the cement «Aquasyl» have been investigated.

На кафедре ХТВМ одним из направлений исследований является создание отечественных стоматологических материалов. Ранее были разработаны такие виды стоматологических материалов, как прокладочный цемент «Мигрофас», пломбировочный цемент «Аквадент», модельный материал «Супергипс-С». Вышеуказанные материалы выпускаются в ОАО «ГИАП».

В настоящее время ведутся исследования по разработке составов и технологии производства стоматологических материалов для заполнения корневых каналов, так называемых силеров, потребность в которых в РБ составляет приблизительно 500 кг в год.

Сейчас в качестве силеров используются цинкооксидэвгенольные материалы, цементы на основе органических смол, силиконовые, кальцийгидроксидные и стеклоиономерные цементы.

Одними из наиболее перспективных являются материалы на основе стеклоиономеров, поскольку они могут обеспечить надежную obturацию каналов и могут быть хорошей матрицей для введения в его состав различных модифицирующих добавок, обеспечивающих тем самым получение материалов с широким спектром свойств. Кроме того, данный материал:

- индифферентен к постоянной пломбе;
- обеспечивает образование химической связи с пломбировочным материалом вследствие сродства химического состава компонентов стеклоиономерного цемента с дентином;
- расширяет клинические показания в отношении сохранения корней зубов;
- способен выделять ионы фтора во время и после отверждения, чем достигается высокий кариесостатический эффект.

В настоящее время лишь некоторые зарубежные фирмы начинают производить материалы такого типа, в частности, это фирма «Voko», выпускающая материал «Endion». Однако, по мнению многих стоматологов, рабочее время, которое демонстрирует этот цемент, недостаточно для проведения всех технологических операций при пломбировании зубов, в частности, снятия рентгеновского снимка и проведения коррекции пломбировки канала.

Целью данной работы являлась разработка стоматологического материала для заполнения корневых каналов на основе стеклоиономеров, обладающего рабочим временем не менее 25 минут и высокой биосовместимостью с тканью зуба.

Разработанный цемент «Аквасил» представляет собой материал, содержащий органическую и минеральную части. Органическая часть представлена полиакриловой кислотой, выполняющей роль связующего. Минеральная часть содержит алюмофторсилкатное стекло, биоактивные компоненты и другие добавки, регулирующие сроки твердения цемента. Рентгеноконтрастность материала обеспечивается путем введения сульфата бария (до 20%).

Отверждение цемента происходит при добавлении к порошку стоматологического материала дистиллированной воды, которая способствует гидратации ПАК и образованию полисолей кальция, бария и алюминия, обеспечивающих линейную и пространственную сшивку компонентов твердеющей матрицы. На поверхности непрореагировавших частичек стекла из оксида кремния и полиакриловой кислоты образуется силикагель, который также способствует сцеплению частиц материала.

Компоненты для стоматологического стеклоиономерного цемента «Аквасил» получали в лабораторных условиях следующими способами.

Полиакриловую кислоту синтезировали методом радикальной полимеризации акриловой кислоты в присутствии ограничителя роста полимерной цепи. В качестве инициатора полимеризации использовали персульфат аммония $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ (аммоний надсернокислый). При температуре более 60°C персульфат аммония разлагается с образованием свободных радикалов, которые иницируют процесс разрыва двойной связи в молекуле акриловой кислоты и сшивки их в линейный полимер.

Синтез полиакриловой кислоты осуществляли следующим образом. В трехгорлую колбу, снабженную обратным холодильником, мешалкой с гидрозатвором и капельной воронкой заливали растворы акриловой кислоты, изопро-

пилового спирта и персульфата аммония. Содержимое колбы нагревали до 60°C при постоянном перемешивании, затем в колбу вводили растворы следующего состава: 40% акриловой кислоты, 20% изопропилового спирта, 0,5% персульфата аммония. После смешения компонентов полученный раствор выдерживали при температуре реакции еще 30 минут, после чего при отключенном обратном холодильнике путем быстрого нагревания до 90°C производилась отгонка избытка изопропилового спирта. Полученный продукт охлаждали, высушивали и затем измельчали до полного прохождения через сито № 0045. Полученный таким образом порошок полимера полиакриловой кислоты имел молекулярную массу около 10 тыс. единиц и постоянное молекулярно-массовое распределение.

Синтез стекла проводили в системе $\text{CaF}_2 - \text{SiO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$. Образование расплавов в этой системе происходит в диапазоне температур выше 1380°C. Для снижения температуры варки в состав шихты вводили легкоплавкие компоненты: Na_2AlF_6 , AlF_3 , $\text{Al}(\text{PO}_4)$.

Область стеклообразования лежит в концентрационном диапазоне (мас. %): $\text{SiO}_2 - 20-50$, $\text{Al}_2\text{O}_3 - 15-45$, $\text{CaF}_2 - 35-65$.

Стекольную шихту готовили из следующих компонентов: SiO_2 , CaF_2 , $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{AlPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, AlF_3 , Na_3AlF_6 классификации «ч», «х. ч.», «ч. д. а.». Оптимизацию состава шихты и стекла проводили по результатам определения технических характеристик цемента на его основе.

Варка стекла проводилась в электрической муфельной печи (СНОЛ-2) в фарфоровых тиглях при температуре 1100°C, времени выдержки 90 минут. Режим синтеза стекла был принят следующий:

- подъем температуры до 500°C в течение 25 минут;
- изотермическая выдержка при 500°C в течение 30 минут;
- подъем температуры от 500 до 1100°C (скорость подъема температуры – до 20°C/мин);
- выдержка при температуре 1100°C – 90 минут.

Стекло выливали в металлическую емкость с водой, затем высушивали. Измельчение стек-

ла проводили в шаровой мельнице с уралитовыми шарами. Порошок стекла получали просеиванием через сито № 0045.

Для повышения биосовместимости стеклоиономерного цемента в него вводили биодобавку, элементный состав которой близок к составу дентина. Как известно, основными химическими элементами, которыми представлена твердая ткань зуба, являются кальций и фосфор.

Синтез биодобавки проводили путем смешения растворов нитрата кальция и гидрофосфата аммония в щелочной среде гидроксида аммония. Отфильтрованный осадок промывали водой и сушили при температуре 100–150°C. Далее, полученный продукт подвергали термообработке.

В качестве критерия эффективности кальцийфосфатной добавки принимали предел прочности при сжатии цементных образцов и рабочее время цементного теста. Результаты исследований показали, что при повышении температуры термообработки увеличивается рабочее время цемента и возрастает его прочность. Наилучшие технические показатели имеет материал с биодобавкой, термообработанной при температуре 900–1200°C, что связано с изменением фазового состава обожженной кальцийфосфатной добавки.

На основании результатов исследований разработана технологическая схема получения стоматологического стеклоиономерного цемента для пломбирования корневых каналов «Аквасил», которая включает отделения синтеза полиакриловой кислоты и биоактивной добавки, участок варки стекла, помола и смешения всех ингредиентов.

Разработанный цемент «Аквасил» характеризуется следующими физико-техническими свойствами:

- предел прочности при сжатии – не менее 25,0 МПа;
- адгезия к дентину – не менее 5,0 МПа;
- рабочее время – не менее 25 мин;
- время застывания – не более 120 мин.

Производство данного цемента планируется в ОАО «Гродненский НИПИ азотной промышленности и продуктов органического синтеза».