

**ОПИСАНИЕ
ИЗОБРЕТЕНИЯ
К ПАТЕНТУ**

(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ

(19) **ВУ** (11) **23246**

(13) **С1**

(46) **2020.12.30**

(51) МПК

A 61K 6/19 (2006.01)

A 61K 6/77 (2006.01)

C 03C 3/064 (2006.01)

C 03C 3/118 (2006.01)

(54) **КОМПОЗИЦИОННЫЙ СТОМАТОЛОГИЧЕСКИЙ МАТЕРИАЛ
ХИМИЧЕСКОГО ОТВЕРЖДЕНИЯ**

(21) Номер заявки: а 20190173

(22) 2019.06.06

(71) Заявитель: Учреждение образования
"Белорусский государственный техно-
логический университет" (ВУ)

(72) Авторы: Шалухо Наталия Михайлов-
на; Кузьменков Михаил Иванович;
Чистякова Галина Геннадьевна; Са-
хар Галина Геннадьевна; Богданович
Ирина Аркадьевна (ВУ)

(73) Патентообладатель: Учреждение обра-
зования "Белорусский государственный
технологический университет"
(ВУ)

(56) RU 2417068 C2, 2011.

ВУ 18518 С1, 2014.

ВУ 14514 С1, 2011.

UA 28235 U, 2007.

UA 32337 U, 2008.

RU 2599024 С1, 2016.

EP 0102199 A2, 1984.

(57)

Композиционный стоматологический материал химического отверждения, включающий органическую матрицу в количестве 20-30 мас. %, содержащую γ -метакрилоксипропилтриметоксисилан, изопропиловый спирт, уретандиметакрилат, бисфенол А этоксилатдиметакрилат, бисфенол А глицеролатдиметакрилат, триэтиленгликольдиметакрилат, N,N-бис-(2-гидроксиэтил)-п-толуидин, бензоилпероксид, 2,6-ди-трет-бутил-4-метилфенол, 2-гидрокси-4-метоксибензофенон, N-аллилтиомочевину, гидропероксид кумола, взятые при следующем их соотношении, мас. %:

| | |
|---|-----------|
| γ -метакрилоксипропилтриметоксисилан | 0,1-5,0 |
| изопропиловый спирт | 0,5-3,0 |
| уретандиметакрилат | 20,0-60,0 |
| бисфенол А этоксилатдиметакрилат | 2,0-12,0 |
| бисфенол А глицеролатдиметакрилат | 5,0-35,0 |
| триэтиленгликольдиметакрилат | 0,1-3,0 |
| N,N-бис-(2-гидроксиэтил)-п-толуидин | 0,1-5,0 |
| бензоилпероксид | 0,1-3,0 |
| 2,6-ди-трет-бутил-4-метилфенол | 0,1-5,0 |
| 2-гидрокси-4-метоксибензофенон | 0,1-2,0 |
| N-аллилтиомочевина | 0,1-5,0 |
| гидропероксид кумола | 0,1-2,0, |

и неорганический наполнитель, содержащий аэросил DT4 в количестве 10-40 мас. % и обработанный силаном порошок стекла в количестве 60-90 мас. %, при этом порошок стекла содержит SiO₂, Al₂O₃, BaO, BaF₂, B₂O₃, WO₃ при следующем их соотношении, мас. %:

ВУ 23246 С1 2020.12.30

BY 23246 C1 2020.12.30

| | |
|--------------------------------|-------|
| SiO ₂ | 18-48 |
| Al ₂ O ₃ | 22-37 |
| BaO | 5-15 |
| BaF ₂ | 5-10 |
| B ₂ O ₃ | 1-15 |
| WO ₃ | 1-12. |

Изобретение относится к медицине, а именно к терапевтической стоматологии, и касается пломбировочных материалов, в частности состоящих из катализаторной и базисной пасты в комплекте с адгезивом, отверждаемых под действием химических реагентов.

Композиционные материалы - это полимерные пломбировочные материалы, содержащие аппретированный, обработанный силанами неорганический наполнитель - более 50 % по массе и органическую матрицу.

Преимуществом композитов перед стеклоиономерными цементами являются их высокие прочностные, эксплуатационные и эстетические характеристики.

По способу отверждения композиты делятся на:

композиты химического отверждения;

композиты светового отверждения.

Композитные материалы химического отверждения обладают рядом положительных свойств: равномерность полимеризации, простота применения, высокая скорость изготовления реставрации.

Известен композиционный стоматологический материал химического отверждения [1], содержащий неорганическую матрицу в количестве до 80 %, представленную кварцем, субмикронным диоксидом кремния и микрочастицами нестекловидного типа, а также органическую матрицу следующего состава: бис-N,N-[2-(2-метакрилоксиоксиэтиламинокarbonилокси)этил]-п-толуидина, бис-N,N-(2-метакрилоксиэтил)-п-толуидина, 4-[2(2-акриламидо-2-метилпропионилокси)этил], -N,N-диметиланилин, бис-N,N-[2-(2-акриламидо-2-метилпропионилокси)этил]-р-толуидин и их смеси.

Недостатком данного материала являются его низкие прочностные характеристики, в связи с чем рекомендовано применение этого материала в качестве временного в полости рта.

Известен состав стекла для наполнителей композиционных стоматологических материалов [2], включающий SiO₂, Al₂O₃, BaO, B₂O₃, SnO₂, CoO, NiO, Nd₂O₃, Er₂O₃ при следующем соотношении указанных компонентов, мас. %:

| | |
|--------------------------------|---------------|
| Al ₂ O ₃ | 12-30 |
| BaO | 7-27,5 |
| SnO ₂ | 0,5-25 |
| BaO + SnO ₂ | > 20 |
| B ₂ O ₃ | 1-9 |
| CoO | 0,0001-0,0003 |
| NiO | 0,001-0,003 |
| Nd ₂ O ₃ | 0,0003-0,03 |
| Er ₂ O ₃ | 0,0004-0,007 |
| SiO ₂ | остальное. |

Композиционный материал на основе такого стекла отличается высокой рентгеноконтрастностью, высокой химической стойкостью, а также характеризуется высокими эстетическими свойствами.

Недостатком данного стекла является получение на его основе композиционного стоматологического материала химического отверждения с недостаточными прочностными

ВУ 23246 С1 2020.12.30

характеристиками (диаметральная прочность при применении органической матрицы из примера [1] - не более 23 МПа).

Известен композиционный материал химического отверждения для восстановления культи зуба [3] с более высокими прочностными характеристиками.

Материал состоит из неорганического наполнителя (бариевого алюмоборосиликатного стекла) и органического наполнителя в составе (2,2-бис-(метакрилоилокси-2-оксипропокси-4-фенил)пропана (бисГМА), этоксилированного бисфенол А диметакрилата, диметакрилата триэтиленгликоля (ТГМ - 3 ч), ионола пищевого (бутилокситолуола), дигидроксиэтил-пара-толуидина (ДГЭПТ), перекиси бензоила, кислоты уксусной ледяной, силана А-174, кабосила TS-720) и пигментов при следующем соотношении компонентов (%):

| | |
|--|------------|
| бариевое алюмоборосиликатное стекло | 56,9 |
| нупол или БисГМА | 22,0 |
| этоксилированный бисфенол А диметакрилат | 10,9 |
| ТГМ-3 | 6,0 |
| ионол пищевой | 0,03 |
| ДГЭПТ | 0,35 |
| перекись бензоила | 0,7 |
| кислота уксусная ледяная | 0,01 |
| силан А-174 | 1,21 |
| кабосил TS-720 | 1,8 |
| пигменты | остальное. |

Недостатком данного композиционного материала является высокая истираемость композиционного материала, обусловленная незначительной прочностью.

Задачей, на решение которой направлено заявляемое изобретение, является разработка состава композиционного стоматологического материала химического отверждения, характеризующегося более высокой прочностью при диаметральном разрыве и изгибе.

Поставленная задача достигается тем, что композиционный стоматологический материал химического отверждения содержит 20-30 мас. % органической матрицы состава: γ -метакрилоксипропилтриметоксисилан (А-174), изопропиловый спирт, уретандиметакрилат, бисфенол А этоксилатдиметакрилат, бисфенол А глицеролатдиметакрилат, триэтиленгликольдиметакрилат, N,N-бис-(2-гидроксиэтил)-п-толуидин, бензоилпероксид, 2,6-дитретбутил-4-метилфенол, 2-гидрокси-4-метоксибензофенон, N-аллилтиомочевину, гидропероксид кумола при следующем соотношении компонентов, мас. %:

| | |
|---|-----------|
| γ -метакрилоксипропилтриметоксисилан (А-174) | 0,1-5,0 |
| изопропиловый спирт | 0,5-3,0 |
| уретандиметакрилат | 20,0-60,0 |
| бисфенол А этоксилатдиметакрилат | 2,0-12,0 |
| бисфенол А глицеролатдиметакрилат | 5,0-35,0 |
| триэтиленгликольдиметакрилат | 0,1-3,0 |
| N,N-бис-(2-гидроксиэтил)-п-толуидин | 0,1-5,0 |
| бензоилпероксид | 0,1-3,0 |
| 2,6-ди-трет-бутил-4-метилфенол | 0,1-5,0 |
| 2-гидрокси-4-метоксибензофенон | 0,1-2,0 |
| N-аллилтиомочевина | 0,1-5,0 |
| гидропероксид кумола | 0,1-2,0, |

и неорганического наполнителя, содержащего аэросил DT4 в количестве 10-40 мас. % и обработанный силаном порошок стекла в количестве 60-90 мас. %, при этом порошок стекла содержит SiO₂, Al₂O₃, BaO, BaF₂, B₂O₃, WO₃ при следующем соотношении компонентов, мас. %:

BY 23246 C1 2020.12.30

| | |
|--------------------------------|-------|
| SiO ₂ | 13-48 |
| Al ₂ O ₃ | 22-37 |
| BaO | 5-15 |
| BaF ₂ | 5-10 |
| B ₂ O ₃ | 1-15 |
| WO ₃ | 1-12. |

Предложенный состав композиционного стоматологического материала химического отверждения обеспечивает высокие прочностные характеристики, хорошую рентгеноконтрастность за счет дополнительного присутствия оксида вольфрама и высокие эстетические свойства.

Согласно изобретению стоматологический материал производят следующим образом.

Взвешивают необходимые количества мономеров и олигомеров. Все компоненты смешивают в планетарном смесителе при температуре 50 °С. Готовят навеску инициаторов полимеризации, пигментов и UV-стабилизатора и подогревают до 50 °С. Также переносят в планетарный смеситель. Перемешивают в планетарном смесителе, постепенно добавляя порошок стекла в качестве наполнителя, который готовят следующим образом.

Приготавливается шихта для получения стекла определенного состава, содержащего следующие компоненты: Al₂O₃, SiO₂, BaF₂, B₂O₃, BaO, WO₃. Компоненты шихты после взвешивания тщательно перемешивают в шаровой мельнице. Шихту помешают в корундовые тигли и плавят в электрической печи при температуре 1100-1200 °С, затем охлаждают на воздухе. Полученные образцы стекол подвергают помолу в шаровой мельнице до полного прохождения порошка через сито № 0045.

Определение предела прочности при диаметральном разрыве проводилось на универсальной испытательной машине "Insron-1195" (Англия) согласно п. 4.1. ТУ BY 500028540.015, предел прочности при изгибе определялся с помощью штангенциркуля ШЦ-1 и микрометра МК согласно п. 4.2. ТУ BY 500028540.015.

Результаты определения свойств композиционного стоматологического материала химического отверждения различных составов приведены в таблице.

| | Пример | | | | |
|---|--------|-------|-------|-------|----------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | Прототип |
| Компоненты неорганического наполнителя, мас. % | | | | | |
| SiO ₂ | 48 | 46 | 38 | 18 | + |
| Al ₂ O ₃ | 22 | 25 | 31 | 37 | + |
| BaO | 5 | 7 | 10 | 15 | + |
| B ₂ O ₃ | 14 | 8 | 1 | 15 | + |
| BaF ₂ | 10 | 9 | 8 | 5 | - |
| WO ₃ | 1 | 5 | 12 | 10 | - |
| Основные свойства материала | | | | | |
| Предел прочности при диаметральном разрыве, МПа | 327,2 | 319,7 | 321,8 | 329,0 | 43,1 |
| Предел прочности при изгибе, МПа | 98,4 | 93,8 | 94,5 | 99,7 | 90,8 |

Как видно из данных, приведенных в таблице, разработанный композиционный стоматологический материал химического отверждения характеризуется высокой прочностью при диаметральном разрыве (не менее 319,7 МПа) и при изгибе (не менее 93,8). Кроме того, разработанный материал отличается высотой рентгеноконтрастностью за счет присутствия в составе стекла помимо оксида бария также оксида вольфрама и хорошими эстетическими свойствами.

ВУ 23246 С1 2020.12.30

Источники информации:

1. Патент US 6,624,211, МПК А 61К 6/083; А 61К 6/02; С 07С 219/08; С 07С 233/00; С 07С 233/49; С 07С 271/16; С 07С 271/00; С 07С 219/00; А 61К 006/03, 2003.
2. Патент РФ 2028981 С1, МПК С 03С 3/095; С 03С 3/091, 1995.
3. Патент РФ 2417068, МПК А 61К 6/02: А 61К 6/08, 2011 (прототип).