

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **08.03.2002**
(32) Datum podání prioritní přihlášky: **10.03.2001**
(31) Číslo prioritní přihlášky: **2001/01105991**
(33) Země priority: **EP**
(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu:
(Věstník č. 7/2004)
(86) PCT číslo: **PCT/EP2002/002567**
(87) PCT číslo zveřejnění: **WO 2002/076907**

(21) Číslo dokumentu:

2003-2439

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl. :
C 04 B 38/00
C 04 B 38/06
C 04 B 41/83
A 61 K 6/06
A 61 K 6/083

(71) Přihlašovatel:
VITA ZAHNFABRIK H. RAUTER GMBH & CO. KG,
Bad Säckingen, DE

(72) Původce:
Aechtner Stefan, Bad Säckingen, DE
Hornberger Helga, Nürnberg, DE
Nagel Emil, Bad Säckingen, DE
Thiel Norbert, Bad Säckingen, DE

(74) Zástupce:
Čermák Karel jr., JUDr. Ph.D., Národní třída 32, Praha
1, 11000

(54) Název přihlášky vynálezu:
Kompozitní materiál a způsob jeho výroby

(57) Anotace:
Kompozitní materiál s porézní anorganicko-nekovovou maticí a druhým materiálem, který je charakteristický tím, že uvedená porézní anorganicko-nekovová matrice má pevnost v ohybu ≥ 40 MPa, a uvedeným druhým materiálem je organický materiál, který alespoň částečně vyplní póry uvedené porézní matrice, přičemž uvedený kompozitní materiál má modul elasticity $E \geq 25$ GPa.

CZ 2003 - 2439 A3

Kompozitní materiál a způsob jeho přípravy

Oblast techniky

Vynález se týká kompozitního materiálu s porézní anorganicko-nekovovou sítí, jejíž póry jsou vyplněny polymerem, způsobu přípravy a použití tohoto kompozitního materiálu.

Dosavadní stav techniky

EP-A-1 006 095 se týká způsobu přípravy endodontických, orthodontických a přímých náhrad na bázi keramické sítě. Výchozí skelný monomer se vyplní materiálem s cílem dosažení zvýšené flexibility a odolnosti vůči oděru. Infiltračním materiálem může být například skelný materiál, který bude tvořit vrstvu, jejíž tvrdost se pohybuje v rozmezí od 300 KHN do 600 KHN a modul elasticity v rozmezí od 70 GPa do 80 GPa. Její pevnost v ohybu se bude pohybovat v rozmezí od 200 MPa do 500 MPa. Uvnitř má mít struktura pevnost v ohybu přibližně 150 MPa až 80 MPa a modul elasticity od 15 GPa do 25 GPa. Odpovídající hodnoty by měly být podle uvedeného dokumentu dosaženy infiltrací monomerem a následným vytvrzováním. Zmiňovaný dokument tedy popisuje dvouvrstvou strukturu, která má odlišné vlastnosti. Odpovídající produkty nejsou doposud známy.

EP-A-0 803 241 se týká dentálního materiálu vyrobeného z porézního keramického materiálu, kterým se vyplní umělý zub, kovová plomba, korunka, můstek nebo blok, který je vhodný pro CAD/CAM zpracování. Tento materiál se slinuje za

vzniku vzájemně propojených pórů. Dále následuje impregnace syntetickou pryskyřicí. Nedostatkem popsanych produktů je nepřesná definice a popis nosné sítě, což u mnoha provedení vede ke zhoršení fyzikálně-technických dat, v porovnání s v dnešní době běžnými kompozitními materiály. US-A-5 843 348 se týká způsobu přípravy materiálu keramické sítě ze suspenze keramické látky. Tento způsob zahrnuje odlévání suspenze ve formě, která má tvar zubů. Suspenze obsahuje dispergované částice oxidu hlinitého v médiu, které obsahuje deionizovanou vodu s pH hodnotou v rozmezí od 4 do 5 a polyvinylalkohol v koncentraci od 0,5 % hmotn. do 1 % hmotn. Po vysušení se suspenze vypaluje v peci při teplotě v rozmezí od 1000 °C do 1400 °C za vzniku keramické sítě. Porézní struktura se napouští sklem na bázi hlinitokřemičitanu lanthanu za vzniku skelné vrstvy mající tloušťku ležící v rozmezí od 1 mm do 2 mm uvnitř keramické sítě.

V Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry jsou popsány různé metody pro konzervaci porézních kamenných struktur. Objekty, jakými jsou například sochy z pískovce nebo mramoru, se tedy impregnují hydrofobními reakčními činidly, jakými jsou například alkyltrialkoxysilany, a/nebo spojovacími prostředky, jakým je například tetraethyl-orthokřemičitan. Za účelem stabilizace struktury se póry za vakua dále infiltrují monomery, například methylnmethakrylátem. Po tepelném vytvrzování pod tlakem jsou objekty mechanicky stabilnější, a co je ještě důležitější je fakt, že uzavřením pórů se v podstatě zabrání chemické degradaci.

Podstata vynálezu

Cílem vynálezu je tedy poskytnout kompozitní materiál, který by měl homogenní, pórů prostou strukturu a vlastnosti, které leží někde mezi vlastnostmi keramických materiálů a vlastnostmi konvenčně plněných polymerních materiálů. Cílem vynálezu je rovněž poskytnout způsob přípravy takového kompozitního materiálu.

Tohoto cíle je dosaženo pomocí kompozitního materiálu s porézní anorganicko-nekovovou matricí a s druhým materiálem, který je charakteristický tím, že

- uvedená porézní anorganicko-nekovová matrice má pevnost v ohybu ≥ 40 MPa, měřeno podle ISO 6 872;
- uvedeným druhým materiálem je organický materiál, který alespoň částečně vyplní póry uvedené porézní matrice; a
- uvedený kompozitní materiál má modul elasticity $E \geq 25$ GPa, měřeno podle ISO 10 477.

Kompozitní materiál podle vynálezu je výhodný, protože poskytuje novou třídu materiálů, jejichž vlastnosti leží mezi vlastnostmi keramických a plastických materiálů. Tato třída materiálů je například charakteristická na jedné straně nižší křehkostí než jakou vykazují keramické materiály a na druhé straně zvýšenou odolností vůči oděru v porovnání s dřívějšími anorganickými plněnými polymery.

Anorganicko-nekovová fáze kompozitního materiálu podle vynálezu tvoří síť, která má vlastní pevnost (pevnost v ohybu porézní anorganicko-nekovové sítě před infiltrací)

$\sigma \geq 40$ MPa. To vede ke zvýšení modulu elasticity kompozitního materiálu oproti konvenčně plněným kompozitům.

Kompozitní materiál podle vynálezu má výhodně pevnost v ohybu $\sigma \geq 100$ MPa, měřeno podle ISO 6 872.

Póry porézní sítě zaujímají objem od 5 % obj. do 85 % obj., výhodně od 10 % obj. do 50 % obj., zejména od 15 % obj. do 35 % obj. Výhodou kontrolovatelné poréznosti anorganicko-nekovové sítě je skutečnost, že s ní koreluje obsah polymeru v pozdějším kompozitním materiálu. Zvýšení obsahu polymeru je spojeno se zvýšením rázové pevnosti a snížením hustoty kompozitního materiálu.

Póry anorganicko-nekovové sítě kompozitního materiálu podle vynálezu mají zpravidla velikost pórů od 0,2 μm do 25 μm , výhodně od 0,5 μm do 10 μm . Velikost a tvary pórů, které mají být použity, jsou závislé na kombinaci anorganických a polymerních materiálů, na úhlu kontaktu mezi anorganickým materiálem a monomerem nebo polymerem, na předběžném zpracování a na použité infiltrační metodě.

Porézní anorganicko-nekovovou síť jako meziprodukt kompozitního materiálu podle vynálezu lze získat například slinováním práškových anorganických, zejména keramických, látek nebo směsí látek, přičemž proces slinování se ukončí v podstatě před vytvořením uzavřených pórů. Dále je výhodné, pokud je proces slinování přerušen teprve až po fázi vytvoření krčku nebo skelného proudu, který zpravidla souvisí s náhlou změnou vlastní pevnosti anorganické nekovové sítě.

Výhodně mají použité práškové anorganické látky nebo směsi látek velikosti zrna, které vykazují bimodální

distribuci, např. jemné a hrubé zrno. Malá zrnka mají vyšší slinovací aktivitu, zatímco velká zrna určují tvar pórů.

U výhodného provedení obsahuje anorganicko-nekovová síť kompozitního materiálu podle vynálezu práškové anorganické látky nebo směsi látek, které mají velikost zrna od 0,2 μm do 25 μm . Zpravidla se hodnoty d_{50} (laserová granulometrie) použitých výchozích materiálů pohybují mezi 0,5 μm a 5 μm .

Anorganicko-nekovová síť kompozitního materiálu podle vynálezu je výhodně tvořena alespoň dvěma různými práškovými směsmi, které mají rozdílné teploty slinování. Slinovací aktivitu určuje prášková složka s nižší teplotou tavení.

Póry anorganicko-nekovové sítě mají výhodně povrchy, které vykazují hydrofobní vlastnosti. Hydrofobní vlastnosti lze získat například superficiální silanizací. Hydrofobní povrchy zvyšují smáčitelnost porézní sítě monomery.

Silanizace se jednoduše provádí pomocí silanizačního činidla v kapalně fázi.

Pro silanizaci porézní anorganicko-nekovové sítě lze použít alkoxysilan nebo halogensilan, výhodně 3-methakryloxypropyltrimethoxysilan.

Anorganickou fází kompozitního materiálu podle vynálezu je konkrétně organický polymer, který se tvoří *in situ* uvnitř pórů porézní sítě polymerací prepolymerů, oligomerů nebo monomerů.

Organický polymer se tvoří z tepelně polymerovatelných monomerů a/nebo z polymerovatelných monomerů chemicky

indukovatelných iniciačními reakcemi a/nebo z kondenzovatelných monomerů.

Kompozitní materiál podle vynálezu je výhodně izotropní, což eliminuje nevýhody současných anizotropních kompozitů, které například vykazují pouze nízkou pevnost při napínání v preferenčním směru. Nicméně si lze představit, že do kompozitního materiálu podle vynálezu lze zabudovat některé dobře cílené anizotropy, což lze například realizovat zavedením vláken, která jsou selektivně zesíťována v jiných prostorových směrech. Dále je možné připravit kontinuální gradient materiálů použitím gradientové pece při přípravě anorganicko-nekovové sítě.

Kompozitní materiál podle vynálezu může obsahovat pomocné prostředky, jakými jsou například antioxidanty a pigmenty, které jsou vhodné pro konkrétní účely.

Kompozitní materiál podle vynálezu lze například připravit následujícím způsobem, při kterém:

- se připraví anorganicko-nekovový výchozí materiál;
- anorganicko-nekovová fáze se vytvaruje, buď za mokra, například odléváním, nebo v suchém stavu, například izostatickým lisováním, případně za použití vhodného pojivového systému;
- anorganicko-nekovová síť se slinuje do požadovaného stupně slinování a poréznosti;
- proces slinování se přeruší před tím, než se ve slinovaném produktu vytvoří v podstatě uzavřené póry;
- a po dosažení fáze vytvoření krčků a/nebo skelného proudu;

- získaný porézní produkt anorganicko-nekovového materiálu se nejprve potáhne smáčecím činidlem, výhodně silany, které mají vhodnou funkční skupinu;
- anorganicko-nekovová síť se následně zcela infiltruje monomery;
- a následně polymeruje za použití vhodné metody, jakou je například tepelná polymerace nebo polymerace pomocí mikrovln.

U způsobu podle vynálezu se jako anorganický materiál použijí například oxidové keramiky, skla, porcelány, neoxidové keramiky a jejich kombinace.

U způsobu podle vynálezu se zejména použijí práškové anorganické materiály mající velikost zrna od 0,2 μm do 25 μm , výhodně od 0,5 μm do 10 μm (d_{50} hodnoty jsou stanoveny laserovou granulometrií).

Výhodně se podle vynálezu do slinovaného anorganického materiálu infiltruje anorganický materiál v kapalně formě.

Smáčecí činidlo se výhodně použije v roztoku. Výhodou naředění je snížená viskozita.

Smáčecí činidlo musí obsahovat funkční skupinu, která je schopna navázání.

Podle vynálezu se organické monomery nebo prepolymery zavádějí do slinuté anorganicko-nekovové sítě a polymerují uvnitř pórů této sítě za vzniku organického materiálu.

Podle vynálezu lze organický materiál zavádět do slinutého anorganického materiálu tlakovou infiltrací. Výhodou této metody je rychlé dosažení kompletní a

homogenní infiltrace. V závislosti na účelu se může jevit jako výhodné použití polymerace pod tlakem. Případně lze jak anorganicko-nekovovou síť, tak organický monomer před infiltrací odplynit.

Jako monomery se výhodně použijí organické sloučeniny, které mají alespoň jednu ethylenicky nenasycenou část, alespoň jednu kondenzovatelnou část nebo alespoň jednu část, která je schopna polymerovat rozpojováním kruhů, nebo jejich kombinace.

Vhodné iniciační systémy pro polymeraci jsou známé a lze je nalézt v relevantní literatuře.

Pro přípravu průsvitných materiálů vhodných pro dentální účely se podle vynálezu jako anorganický materiál použijí prášky a frity obsahující živec, jako organické sloučeniny se použijí bismethakryláty a jako iniciátory se použijí sloučeniny obsahující peroxid.

Vynález se rovněž týká materiálu pro dentální aplikace, který lze připravit způsobem podle vynálezu.

Materiál podle vynálezu lze výhodně použít pro takové dentální účely, jakými jsou například výplně, povrchové plomby, korunky a můstky.

Materiály připravené podle vynálezu lze mimo jiné použít pro povrchové potažení keramických a kovových materiálů, kompozitů a plastických materiálů, jako komponenty mající nové vlastnosti, jakými jsou například modul elasticity, oděrové vlastnosti, měrná hmotnost a odolnost proti tepelné deformaci. Dalšími provedeními jsou zvukově izolační a tepelně izolační prvky, kluzná ložiska, členy pro tlumení vibrací, elektrické izolanty atd.

Kompozitní materiál podle vynálezu lze zejména použít jako kluzná ložiska, pro tepelnou a/nebo zvukovou izolaci nebo jako tlumič vibrací.

Porézní anorganická nekovová matrice mající pevnost v ohybu ≥ 40 MPa, měřeno podle ISO 6 872, kterou lze použít pro přípravu kompozitního materiálu podle vynálezu, může sloužit jako meziprodukt, přičemž vynález se rovněž týká tohoto meziproduktu.

Výhodně je porézní anorganická nekovová matrice podle vynálezu vyrobena z oxidových keramik, skel, porcelánů, neoxidových keramik nebo jejich kombinací.

Póry porézní anorganické nekovové matrice podle vynálezu zaujímají zpravidla objem od 5 % obj. do 85 % obj., výhodně od 10 % obj. do 50 % obj., zejména od 15 % obj. do 35 % obj.

Předmětem vynálezu je rovněž způsob přípravy porézní anorganicko-nekovové matrice podle vynálezu, kdy:

- se anorganický nekovový materiál smísí s odstranitelným pojivem za vzniku tvářitelného materiálu;
- pojivo se odstraní za vzniku porézní anorganické nekovové struktury;
- porézní anorganická nekovová struktura se slinuje;
- za vzniku uvedené porézní anorganické nekovové matrice.

Vynález se rovněž týká způsobu přípravy otisků objektů za použití porézní anorganicko-nekovové matrice podle

vynálezu. Tento způsob podle vynálezu je charakteristický tím, že:

- anorganicko-nekovový se materiál smísí s odstranitelným pojivem za vzniku tvářitelného materiálu;
- uvedený tvářitelný materiál se uvede do kontaktu s objektem, jehož otisk má být vytvořen, takže se v tvářitelném materiálu vytvoří otisk objektu ve formě negativu;
- tvářitelný materiál se odtrhne, čímž se získá tvar objektu, jehož otisk má být vytvořen, načež se odstraní pojivo;
- případně následuje slinování a infiltrace struktury získané po odstranění pojiva.

U dalšího provedení zmiňovaného způsobu se získá způsob replikace objektů. U tohoto způsobu se nejprve realizuje způsob podle vynálezu pro přípravu otisků objektů. Takto získaná matrice se sama podrobí přípravě otisku, čímž se získá replika objektu, který má být replikován. Nicméně způsob lze rovněž zahájit na otisku objektu získaném některým dalším způsobem určeným pro získání negativní formy, ze které se následně otiskovým způsobem podle vynálezu připraví otisk, který se případně vytvrdí.

Předmětem vynálezu je rovněž směs práškových anorganických nekovových látek nebo směsí látek a odstranitelného pojiva. Tato směs je charakteristická tím, že uvedené práškové anorganické nekovové látky nebo směsi látek mají velikost zrna d_{50} od 0,2 μm do 25 μm a pojivo je

přítomno v množství od 2 % hmotn. do 50 % hmotn., vztaženo k celkové hmotnosti směsi.

Práškovými anorganickými nekovovými látkami nebo směsmi látek jsou výhodně oxidové keramiky, skla, porcelány, neoxidové keramiky nebo jejich kombinace.

Výhodně se použijí práškové anorganické látky nebo směsi látek s velikostí zrna mající bimodální distribuci.

Výhodně mají práškové anorganické nekovové látky nebo směsi látek pro přípravu pasty podle vynálezu velikost zrna d_{50} od 0,5 μm do 5 μm , měřeno laserovou granulometrií.

U směsi podle vynálezu pro přípravu pasty mohou být přítomny alespoň dva rozdílné prášky a/nebo směsi prášků mající rozdílné teploty slinování. Pasta podle vynálezu obsahuje aditiva, která umožňují dobře cílené vytvrzování podle dosavadního stavu techniky.

Porézní anorganicko-nekovovou matici podle vynálezu lze použít pro získání tvářených dílů, které mají výhodné vlastnosti; přičemž vynález se rovněž týká těchto tvářených dílů. Tvářené díly podle vynálezu lze vyrobit z porézního slinutého přírodního a/nebo syntetického živce nebo jiného zástupce ze skupiny živců majícího poréznost, která odpovídá objemu od 5 % obj. do 85 % obj., výhodně od 10 % obj. do 50 % obj., zejména od 15 % obj. do 35 % obj. Infiltrací vhodnými monomery a následnou polymerací lze připravit transparentní materiály vhodné pro dentální aplikace (např. použitelné jako výplně, nástavby, fasetové korunky, korunky nebo můstky).

Zvláště výhodné jsou vícevrstvé tvářené díly mající několik vrstev s rozdílnými vlastnostmi v jednotlivých

vrstvách, které lze získat potažením rozdílnými složkami výsledných anorganicko-nekovových složek matrice a následným slinováním. Příprava kompletního kompozitního materiálu se následně realizuje výše popsaným způsobem.

Tvářené díly mající kontinuálně se měnící vlastnosti lze připravit způsobem podle vynálezu a vynález se rovněž týká těchto tvářených dílů. Tyto tvářené díly lze například získat slinováním anorganicko-nekovové matrice v gradientové peci. Přirozené zuby jsou rovněž anizotropní a jsou tvořeny několika různými vrstvami. Zpravidla se tvářené díly podle vynálezu vytvoří následujícím způsobem, při kterém:

- se ústa připraví a aplikuje se činidlo usnadňující uvolňování;
- v případě dutin se za použití pasty podle vynálezu přímo odebere otisk dutin v ústech;
- vytvarovaná část se předběžně nebo finálně vytvrdí a vyjme z dutiny;
- slinuje se za vzniku pórů vypalováním pojiva;
- v případě korunek a můstků se připraví otisk odebraného přímého otisku dutiny;
- připraví se vzorový odlitek;
- na tento vzorový odlitek se za použití pasty podle vynálezu vystaví nástavba;
- nástavba se slinuje za vzniku pórů vypálením pojiva.

Vynález bude dále ilustrován příkladnými provedeními vynálezu, které mají pouze ilustrativní charakter a

nikterak neomezují rozsah vynálezu, který je jednoznačně vymezen přiloženými patentovými nároky.

Příklady provedení vynálezu

Příklad 1

Z bimodálního oxidu hlinitého majícího d_{50} přibližně $2,5 \mu\text{m}$ se za použití destilované vody a obvyklých přísad (v tomto případě kyselina citrónová a Darvan) vytvořila pasta a ošetřila ultrazvukem za vzniku suspenze, která byla vhodná pro odlévání. Tato suspenze se odlévala v Delrinových formách, které měly rozměry $1,2 \times 4 \times 20 \text{ mm}$. Po vysušení se díly vyjmuly z formy a vypalovaly při maximální teplotě 1120°C po dobu 2 h.

Díly s jemnými póry se následně napouštěly 5% roztokem methakryloxypropyltrimethoxysilanu a opět vysušily. Potom se díly odplynily a infiltrovaly přes noc při teplotě místnosti odplyněnou 1:1 směsí urethandimethakrylátu a triethylenglykoldimethakrylátu, načež následovala 17h polymerace při maximální teplotě 80°C .

Díly vykazovaly při měření na univerzálním testovacím stroji Zwick průměrnou pevnost v ohybu $300,15 \text{ MPa}$ a modul elasticity $76,23 \text{ GPa}$.

Příklad 2

Z bimodálního spinelu na bázi hlinito-hořečnatého oxidu majícího d_{50} přibližně $2,5 \mu\text{m}$ se za použití destilované vody a běžných aditiv (v tomto případě kyselina

citrónová a Darvan) vytvořila pasta, která se ošetřila ultrazvukem za vzniku suspenze vhodné pro odlévání. Tato suspenze se odlévala v Delrinových formách, které měly rozměry 1,2 x 4 x 20 mm. Po vysušení se díly vyjmuly z formy a vypalovaly při maximální teplotě 1180 °C po dobu 2 h.

Díly s jemnými póry se následně napouštěly 5% roztokem methakryloxypropyltrimethoxysilanu a opět vysušily. Potom se díly odplynily a infiltrovaly přes noc při teplotě místnosti odplyněnou 1:1 směsí urethandimethakrylátu a triethylenglykoldimethakrylátu, načež následovala 17h polymerace při maximální teplotě 80 °C.

Díly vykazovaly při měření na univerzálním testovacím stroji Zwick průměrnou pevnost v ohybu 256,87 MPa a modul elasticity 82,89 GPa.

Příklad 3

Z bimodální směsi 67 % oxidu hlinitého a 33 % oxidu zirkoničitého mající d_{50} přibližně 2,5 μm se za použití destilované vody a běžných aditiv (v tomto případě kyselina citrónová a Darvan) vytvořila pasta, která se ošetřila ultrazvukem za vzniku suspenze vhodné pro odlévání. Tato suspenze se odlévala v Delrinových formách, které měly rozměry 1,2 x 4 x 20 mm. Po vysušení se díly vyjmuly z formy a vypalovaly při maximální teplotě 1180 °C po dobu 2 h.

Díly s jemnými póry se následně napouštěly 5% roztokem methakryloxypropyltrimethoxysilanu a opět vysušily. Potom se díly odplynily a infiltrovaly přes noc při teplotě

místnosti odplyněnou 1:1 směsí urethandimethakrylátu a triethylenglykoldimethakrylátu, načež následovala 17h polymerace při maximální teplotě 80 °C.

Díly vykazovaly při měření na univerzálním testovacím stroji Zwick průměrnou pevnost v ohybu 287,42 MPa a modul elasticity 79,12 GPa.

Příklad 4

Z bimodální směsi dvou živcových frit (frita 1: teplota žíhání přibližně 830 °C, 10% zastoupení ve směsi; frita 2: teplota žíhání přibližně 1180 °C, 90% zastoupení ve směsi) mající d_{50} přibližně 4,5 μm se za použití běžné modelační kapaliny (voda + pojivová přísada) vytvořila suspenze vhodná pro odlévání. Tato suspenze se natřepala do kovových forem, které měly rozměry 25 x 5 x 1,6 mm. Po vysušení se díly vyjmuly z formy a vypalovaly při maximální teplotě 940 °C po dobu přibližně 40 min.

Díly s jemnými póry se následně napouštěly 5% roztokem methakryloxypropyltrimethoxysilanu a opět vysušily. Potom se díly odplynily a infiltrovaly přes noc při teplotě místnosti odplyněnou 1:1 směsí urethandimethakrylátu a triethylenglykoldimethakrylátu, načež následovala 17h polymerace při maximální teplotě 80 °C.

Díly vykazovaly při měření na univerzálním testovacím stroji Zwick průměrnou pevnost v ohybu 148,83 MPa a modul elasticity 30,04 GPa.

Díly vykazovaly vynikající průhlednost a vzhledem ke svým optickým vlastnostem byly vhodné pro estetické dentální náhrady.

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Kompozitní materiál s porézní anorganicko-nekovovou matricí a druhým materiálem, **vyznačující se tím**, že

- uvedená porézní anorganicko-nekovová matrice má pevnost v ohybu ≥ 40 MPa, měřeno podle ISO 6 872;

- uvedeným druhým materiálem je organický materiál, který alespoň částečně vyplní póry uvedené porézní matrice;
a

- uvedený kompozitní materiál má modul elasticity $E \geq 25$ GPa, měřeno podle ISO 10 477.

2. Kompozitní materiál podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že má pevnost v ohybu $\sigma \geq 100$ MPa, měřeno podle ISO 6 872.

3. Kompozitní materiál podle nároku 1 a/nebo 2, **vyznačující se tím**, že se proces slinování přeruší až po dosažení fáze vytvoření krčku a/nebo skelného toku.

4. Kompozitní materiál podle alespoň jednoho z nároků 1 až 3, **vyznačující se tím**, že se použijí práškové anorganické látky nebo směsi látek mající velikost zrna, která vykazuje bimodální distribuci.

5. Kompozitní materiál podle alespoň jednoho z nároků 1 až 4, **vyznačující se tím**, že uvedené práškové anorganické látky nebo směsi látek mají velikost zrna od 0,2 μm do 25 μm , výhodně od 0,5 μm do 5 μm , měřeno laserovou granulometrií.

6. Kompozitní materiál podle alespoň jednoho z nároků 1 až 5, **vyznačující se tím**, že anorganicko-nekovová síť má povrch potažený potahovým činidlem, který je takto hydrofobizován a poskytuje funkční skupiny.

7. Kompozitní materiál podle alespoň jednoho z nároků 1 až 6, **vyznačující se tím**, že silanizačním činidlem je aminopropyltriethoxysilan, vinyltriethoxysilan, 3-methakryloxypropyltrimethoxysilan nebo jejich směs.

8. Způsob přípravy kompozitního materiálu podle alespoň jednoho z nároků 1 až 7, **vyznačující se tím**, že zahrnuje následující kroky:

- přípravu anorganického výchozího materiálu, výhodně v práškové formě;
- slinování anorganického výchozího materiálu, přičemž proces slinování je přerušen před vytvořením v podstatě uzavřených pórů v produktu slinování;
- a před dosažením fáze vytvoření krčku a/nebo skelného proudu;

- potažení povrchu porézní anorganicko-nekovové matrice spojovacím prostředkem;
- infiltraci takto získané porézní anorganicko-nekovové matrice s modifikovaným povrchem organickým materiálem; a
- následné ztuhnutí organického materiálu.

9. Způsob podle nároku 8, **vyznačující se tím**, že se do slinutého anorganického materiálu zavedou organické monomery nebo prepolymery a polymerují uvnitř pórů slinutého anorganického materiálu za vzniku organického materiálu.

10. Způsob podle nároku 9, **vyznačující se tím**, že se uvedená polymerace provádí pod tlakem.

11. Způsob podle nároku 9 a/nebo 10, **vyznačující se tím**, že se jako monomery použijí organické sloučeniny, které obsahují alespoň jednu ethylenicky nenasycenou část, alespoň jednu kondenzovatelnou část a/nebo alespoň jednu část, která je schopná polymerace otevřením kruhů.

12. Způsob podle nároku 9 až 11, **vyznačující se tím**, že se použijí monomery schopné polymerace volnou radikálovou polymerací, jakými jsou například akryláty a methakryláty, společně se sloučeninami tvořícími volné

radikály jako iniciátory, například s azosloučeninami nebo peroxidy.

13. Způsob podle alespoň jednoho z nároků 8 až 12, **vyznačující se tím**, že se jako anorganický materiál použijí prášky a frity obsahující živec, jako organická sloučenina se použijí bismethakryláty a jako iniciátory se použijí sloučeniny obsahující peroxid.

14. Kompozitní materiál připravitelný způsobem podle alespoň jednoho z nároků 8 až 13.

15. Použití kompozitního materiálu podle alespoň jednoho z nároků 1 až 7 a/nebo 14 pro dentální účely, například pro výplně, nástavby, korunky a můstky.

16. Použití kompozitního materiálu podle alespoň jednoho z nároků 1 až 7 a/nebo 14 jako kluzného ložiska, pro tepelnou a/nebo zvukovou izolaci, jako tlumiče vibrací a pro potahování povrchů kovů, kompozitů a keramických materiálů.

17. Vícevrstvý tvářený díl mající několik vrstev s rozdílnými vlastnostmi ve vrstvách připravitelný vypálením homogenní matrice v homogenní peci.

18. Způsob přípravy tvářeného dílu majícího několik vrstev s rozdílnými vlastnostmi ve vrstvách podle nároku 17, **vyznačující se tím**, že se tvářený díl sestaví vytvrzením jednotlivých vrstev a aplikací nových vrstev s odlišnými výchozími materiály, které mají odlišné fyzikálně-technické vlastnosti a homogenní matrice porézního anorganicko-nekovového materiálu se vypaluje v gradientové peci.