



УКРАЇНА

(19) **UA**
(51) МПК(11) **128509**(13) **C2**

C04B 7/52 (2006.01)
C04B 28/02 (2006.01)
C04B 28/04 (2006.01)
C04B 14/04 (2006.01)
C04B 28/34 (2006.01)

НАЦІОНАЛЬНИЙ ОРГАН
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ ВЛАСНОСТІ
ДЕРЖАВНА ОРГАНІЗАЦІЯ
"УКРАЇНСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ
ОФІС ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ ТА ІННОВАЦІЙ"

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(21) Номер заявки: **а 2022 00125**
(22) Дата подання заявки: **17.07.2020**
(24) Дата, з якої є чинними права інтелектуальної власності: **01.08.2024**
(31) Номер попередньої заявки відповідно до Паризької конвенції: **19305951.6**
(32) Дата подання попередньої заявки відповідно до Паризької конвенції: **18.07.2019**
(33) Код держави-учасниці Паризької конвенції, до якої подано попередню заявку: **ЕР**
(41) Публікація відомостей про заявку: **06.07.2022, Бюл.№ 27**
(46) Публікація відомостей про державну реєстрацію: **31.07.2024, Бюл.№ 31**
(86) Номер та дата подання міжнародної заявки, поданої відповідно до Договору РСТ: **PCT/EP2020/070350, 17.07.2020**

(72) Винахідник(и):
**Рішар Жіль (FR),
Марі Олів'єс (FR),
Ко Клеманс (FR)**
(73) Володілець (володільці):
**СЕПТОДОН У СЕПТОДОН САС У
СПЕСЬАЛІТ СЕПТОДОН,
58 rue du Pont de Créteil, 94100 Saint-Maur-des-Fossés, France (FR)**
(74) Представник:
Кислиця Тетяна Олегівна, реєстр. №425
(56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою:
**UA 97215 U, 10.03.2015
WO 2015/119954 A1, 13.08.2015
William N. Ha et al D90: The Strongest Contributor to Setting Time in Mineral Trioxide Aggregate and Portland Cement / Journal of endodontics. Vol. 41. № 7. 01.07.2015. P. 1146-1150.
US 2010291512 A1, 18.11.2010
US 8722100 B2, 13.05.2014
US 7553362 B2, 30.06.2009
US 9427380 B2, 30.08.2016
US 2006102049 A1, 18.05.2006
Asgary S. et al Comparison of Mineral Trioxide Aggregate's Composition with Portland Cements and a New Endodontic Cement / Journal of endodontics. Vol. 35. № 2. 13.12.2008. P. 243 - 250
Darvell B. W. et al MTAAn Hydraulic Silicate Cement: Review update and setting reaction / Dental materials. Vol. 27. № 5. 09.02.2011. P. 407 - 422**

(54) СТОМАТОЛОГІЧНИЙ ГІДРАВЛІЧНИЙ ЦЕМЕНТ, ЩО МІСТИТЬ ЧАСТИНКИ УЛЬТРАДИСПЕРСНОГО СИЛІКАТУ КАЛЬЦІЮ, ІЗ ШВИДКИМ ТВЕРДІННЯМ ТА ПРИДАТНИМИ МЕХАНІЧНИМИ ВЛАСТИВОСТЯМИ

(57) Реферат:

Даний винахід стосується створення зубного пломбувального матеріалу із стоматологічного гідралічного цементу, що містить частинки ультрадисперсного силікату кальцію (UCS), в присутності обмеженої кількості води, так що гідралічний цемент швидко твердіє,

UA 128509 C2

забезпечуючи при цьому матеріал, який має придатні механічні властивості для відновлення зубів, і зокрема високу міцність на стиснення.

ГАЛУЗЬ ВИНАХОДУ

Даний винахід стосується галузі стоматології. Зокрема, винахід стосується створення зубного пломбувального матеріалу із стоматологічного гідралічного цементу, що містить частинки ультрадисперсного силікату кальцію (UCS), отриманого в присутності обмеженої кількості води, так що гідралічний цемент швидко твердіє, забезпечуючи при цьому матеріал, який має придатні механічні властивості для відновлення зубів, і зокрема високу міцність на стиснення. Частинки UCS, використовувані в стоматологічному гідралічному цементі за винаходом, мають точно підібрані розміри d_{10} , d_{50} та d_{90} , а також питому площу поверхні.

ВІДОМИЙ РІВЕНЬ ТЕХНІКИ

Реставрація зубів спрямована на відновлення цілісності та морфології зубів, включаючи відновлення втрати мінералізованої речовини від карієсу або в результаті зовнішньої травми. Пряма реставрація проводиться шляхом поміщення пластичного пломбувального матеріалу в препарований зуб з подальшим *in situ* отвердінням матеріалу.

В ідеалі реставраційний матеріал повинен мати ряд властивостей, включаючи достатню адгезивну здатність, нерозчинність, стабільність розмірів, біосумісність, біоактивність та придатні механічні властивості. Існують різні типи пломбувальних матеріалів, в тому числі цементи на основі силікату кальцію.

Застосування стоматологічного реставраційного матеріалу часто потребує першої фази підготовки пломбувального матеріалу, за якою йде період твердіння *in situ*. Це особливо актуально при використанні гідралічного стоматологічного цементу, такого як цемент на основі силікату кальцію, який має бути підданий дії води, звичайно шляхом змішування безводної порошкової фази цементу з водною рідкою фазою, щоб ініціювати отвердіння.

Основні параметри, які необхідно контролювати під час приготування стоматологічного цементу на основі силікату кальцію, включають експлуатаційні властивості, час схоплювання та механічні властивості затверділого матеріалу.

Що стосується придатності для обробки, то текстура пломбувального матеріалу має бути кремоподібною для гарної обробки лікарем. Крім того, час на виконання роботи має бути достатнім для підготовки пломбувального матеріалу та його укладання на місце, де потрібна реставрація.

Час схоплювання в ідеалі повинен бути відносно коротким. Дійсно, занадто довгий час схоплювання буде незручним для пацієнта, може призвести до вимивання реставраційного матеріалу слиною та подразнення тканин порожнини рота.

Затверділий реставраційний матеріал повинен мати механічні властивості, аналогічні властивостям зубів. Особливо, міцність на стиснення має бути достатньою, щоб уникнути руйнування реставраційного матеріалу та забезпечити його довговічність.

Мінеральний триоксидний агрегат (МТА) є стоматологічним цементом на основі силікату кальцію, впровадженням більше 25 років тому. Незважаючи на гарну клінічну ефективність, МТА має недоліки, які перешкоджають його використанню в багатьох випадках. Основними з них є дуже тривалий час схоплювання (близько 3-4 годин) та його погана придатність для обробки.

Sanaee et al. дослідили вплив розміру частинок в приготовленому МТА на час схоплювання (Sanaee et al., "The influence of particle size and multi-walled carbon nanotube on physical properties of mineral trioxide aggregate", Mater. Res. Express, 2019, Vol. 6(6), 065413). Приготовлений МТА, використовуваний в даному дослідженні, мав час схоплювання близько 65 хв. Вони продемонстрували, що час схоплювання може бути прискорений до 12 хв за рахунок зменшення розподілу частинок за розмірами шляхом помелу порошку МТА перед використанням. Проте, зменшення розподілу частинок за розмірами чинило негативний вплив на міцність при стисненні та згинанні. Додавання багатошарових вуглецевих нанотрубок дозволило поліпшити механічну міцність за рахунок відновлення міцності на згин, але без суттєвого впливу на міцність при стисненні.

Заявник раніше запропонував біоактивні та біосумісні матеріали для відновлення зубів, як описано в US 7819663 та US 8974586, які отримані з цементів на основі силікату кальцію та мають гарні механічні властивості. Зокрема, заявник розробив реставраційний матеріал Biodentine®, який є біоактивним цементом на основі силікату кальцію, що схоплюється усього лише за 10-12 хвилин, є легко оброблюваним і має механічні властивості та механічну поведінку, аналогічні людському дентину.

Пацієнти та практикуючі лікарі досі потребують реставраційних матеріалів, які б швидше тверділи після поміщення в порожнину рота пацієнта, зберігаючи при цьому гарну придатність для обробки лікарем (кремоподібна текстура, робочий час і т.д.) та механічні властивості, особливо міцність на стиснення, принаймні не гірше, ніж у наявних зараз продуктів.

Заявник в даному документі доводить, що використання ультрадисперсних частинок силікату кальцію (UCS) в порошковій композиції цементу на основі силікату кальцію в присутності обмеженої кількості води значно скорочує час схоплювання при збереженні гарної міцності на стиснення отриманого реставраційного матеріалу. Частинки UCS, використовувані в стоматологічному гідравлічному цементі за винаходом, мають точно підібрані розміри d_{10} , d_{50} та d_{90} , а також питому площу поверхні. Заміна всіх або частини частинок силікату кальцію, особливо частинок C3S, в цементах на основі силікату кальцію частинками UCS за винаходом також дозволяє зберігати гарну придатність для обробки та задовільний зовнішній вигляд.

СУТЬ ВИНАХОДУ

Даний винахід стосується набору для приготування стоматологічного реставраційного матеріалу, який включає:

- перший контейнер, що містить порошкову фазу, яка включає:

- від 15 % до 98 % мас. від загальної ваги порошкової фази ультрадисперсних частинок силікату кальцію, що мають розмір d_{10} в діапазоні від 0,4 мкм до 0,9 мкм, краще від 0,4 мкм до 0,8 мкм, або від 0,4 мкм до 0,7 мкм; розмір d_{50} в діапазоні від 0,7 мкм до 2,9 мкм, краще від 0,8 мкм до 2,5 мкм, краще від 1 мкм до 2,1 мкм; і розмір d_{90} в діапазоні від 1,3 мкм до 7,0 мкм, краще від 1,5 мкм до 7 мкм, або від 2 мкм до 5 мкм; при цьому розміри d_{10} , d_{50} та d_{90} вимірюють методом лазерної дифракції;

- від 2 % до 35 % мас. від загальної ваги порошкової фази радіонепрозорого матеріалу; і

- необов'язково, одну чи декілька домішок, вибраних з прискорювачів схоплювання, пігментів, пластифікаторів, текстуруючих агентів, стабілізаторів pH, поверхнево-активних речовин та наповнювачів; і

- другий контейнер, що містить водну рідку фазу;

і при цьому вагове співвідношення порошкової фази, присутньої в наборі, до рідкої фази, присутньої в наборі, становить від 2 до 5; краще від 2,5 до 4,0.

В одному варіанті здійснення перший контейнер, що містить порошкову фазу, включає:

- від 15 % до 98 % мас. від загальної ваги порошкової фази ультрадисперсних частинок силікату кальцію, що мають розмір d_{10} від 0,5 мкм до 0,9 мкм, краще від 0,5 мкм до 0,8 мкм, ще краще від 0,5 мкм до 0,7 мкм; розмір d_{50} від 0,7 мкм до 2,9 мкм, краще від 0,8 мкм до 2,5 мкм, ще краще від 1 мкм до 2,1 мкм; і розмір d_{90} від 1,3 мкм до 7,0 мкм, краще від 1,5 мкм до 7 мкм, або від 2 мкм до 5 мкм; при цьому розміри d_{10} , d_{50} та d_{90} вимірюють методом лазерної дифракції.

В одному варіанті здійснення винаходу силікат кальцію вибраний з трикальційсилікату (C3S), дикальційсилікату (C2S) та будь-яких їх комбінацій; краще, силікат кальцію є трикальційсилікатом.

В одному варіанті здійснення порошкова фаза включає портландцемент та/або мінеральні триоксидні агрегати (MTA), у вигляді ультрадисперсних частинок силікату кальцію.

В одному варіанті здійснення порошкова фаза додатково включає не-ультрадисперсні частинки силікату кальцію. В одному варіанті здійснення винаходу кількість ультрадисперсних частинок силікату кальцію становить від 10 % до 100 % мас. від загальної ваги силікату кальцію, присутнього в порошковій фазі; краще від 10 % мас. до 70 % мас.; ще краще від 10 % мас. до 50 % мас.

В одному варіанті здійснення винаходу радіонепрозорий матеріал вибраний з оксиду цирконію, оксиду вісмуту, оксиду церію, сульфату барію, тунгстату кальцію, діоксиду титану, оксиду ітербію та їх сумішей; краще радіонепрозорий матеріал є оксидом цирконію.

В одному варіанті здійснення порошкова фаза включає одну чи декілька домішок, причому домішку вибирають з прискорювачів схоплювання, таких як карбонат кальцію, оксид кальцію, фосфат кальцію та їх суміші; і пігментів, таких як оксиди заліза.

В одному варіанті здійснення винаходу порошкова фаза включає:

- від 20 % до 60 % мас. від загальної ваги порошкової фази ультрадисперсних частинок трикальційсилікату, які мають:
- питому площу поверхні, виміряну методом БЕТ, в діапазоні від 3 до 11 м²/г;
- розмір d_{10} в діапазоні від 0,4 мкм до 0,9 мкм, краще від 0,4 мкм до 0,82 мкм, від 0,4 мкм до 0,8 мкм, або від 0,4 мкм до 0,7 мкм;

- розмір d_{50} в діапазоні від 0,7 мкм до 2,9 мкм, краще від 0,8 мкм до 2,5 мкм, краще від 1 мкм до 2,1 мкм, або від 0,8 мкм до 2,1 мкм; і

- розмір d_{90} в діапазоні від 1,3 мкм до 7,0 мкм, краще від 1,4 мкм до 7 мкм, від 1,5 мкм до 7 мкм, або від 2 мкм до 5 мкм;

причому розміри d_{10} , d_{50} та d_{90} вимірюють методом лазерної дифракції;

- від 0 % до 50 % мас. від загальної ваги порошкової фази неультрадисперсних частинок силікату кальцію;

- від 2 % до 35 % мас. від загальної ваги порошкової фази радіонепрозорого матеріалу; і
 - від 0 % до 25 % мас. від загальної ваги порошкової фази одного чи декількох прискорювачів схоплювання, таких як карбонат кальцію, оксид кальцію та їх суміш.

В одному варіанті здійснення винаходу порошкова фаза включає:

5 - від 20 % до 60 % мас. від загальної ваги порошкової фази ультрадисперсних частинок трикальційсилікату, які мають:

- питому площу поверхні, виміряну методом БЕТ, в діапазоні від 3 до 11 м²/г;

- розмір d₁₀ в діапазоні від 0,5 мкм до 0,9 мкм, краще від 0,5 мкм до 0,8 мкм, ще краще від 0,5 мкм до 0,7 мкм;

10 - розмір d₅₀ в діапазоні від 0,7 мкм до 2,9 мкм, краще від 0,8 мкм до 2,5 мкм, краще від 1 мкм до 2,1 мкм, або в діапазоні від 0,8 мкм до 2,1 мкм; і

- розмір d₉₀ від 1,3 мкм до 7,0 мкм, краще від 1,5 мкм до 7 мкм, або в діапазоні від 2 мкм до 5 мкм.

В одному варіанті здійснення водна рідка фаза є водою. В одному варіанті здійснення водна рідка фаза додатково включає одну чи більше домішок, причому домішку вибирають з прискорювачів схоплювання, таких як хлорид кальцію; і пластифікаторів, таких як модифікований полікарбоксилат.

В одному варіанті здійснення винаходу водна рідка фаза включає:

- від 60 % до 85 % мас. води від загальної ваги водної рідкої фази;

20 - від 5 % до 35 % мас. від загальної ваги водної рідкої фази прискорювача схоплювання, краще хлориду кальцію; і

- від 0 % до 5 % мас. від загальної ваги водної рідкої фази пластифікатора, краще модифікованого полікарбоксилату.

25 Винахід також стосується стоматологічної композиції, отриманої шляхом змішування усього вмісту першого контейнера з усім вмістом другого контейнера набору за винаходом.

В одному варіанті здійснення композиція має час схоплювання від 1 хв до 12 хв, краще від 4 хв до 9 хв.

В одному варіанті здійснення стоматологічна композиція має міцність на стиснення через 24 години більше 100 МПа; краще більше 150 МПа.

30 Винахід також стосується медичного виробу, який включає набір за винаходом; краще медичний виріб є ін'єкційною системою; ще краще - шприцом.

ВИЗНАЧЕННЯ

В даному винаході наступні терміни мають такі значення:

"Близько" перед цифрою означає плюс або мінус 10% від значення цієї цифри.

35 "Домішка" позначає будь-яку речовину, що додається, краще в невеликій кількості, в композицію для поліпшення її фізико-хімічних властивостей в залежності від її використання. Домішка може бути вибрана, наприклад, з радіонепрозорих матеріалів (таких як оксид цирконію), прискорювачів схоплювання (таких як оксид кальцію, карбонат кальцію, хлорид кальцію), пігментів (таких як оксиди заліза), пластифікаторів (таких як модифіковані полікарбоксилати), текстуруючих агентів, стабілізаторів рН, поверхнево-активних речовин, наповнювачів та їх сумішей.

"Спирт" стосується будь-якої хімічної сполуки, що має гідроксильну функцію (-ОН).

"Водний" стосується будь-якої сполуки або композиції, що містить воду та/або вологу.

45 "БЕТ" стосується будь-яких методів, основаних на теорії Брунауера-Еммета-Теллера, яка пояснює фізичну адсорбцію газу на твердій поверхні. Відповідно до одного варіанта здійснення, метод БЕТ використовується для визначення площі поверхні (вираженої в м²/г) твердого зразка, краще частинки. Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, метод БЕТ здійснюють за допомогою аналізатора розміру частинок, такого як Gemini 2375® або Gemini V® фірми Micromeritics.

50 "Силікат кальцію" стосується сполук, які можуть бути одержані в результаті реакції оксиду кальцію та кремнезему в різних співвідношеннях. Відповідно до одного варіанта здійснення, вираз "силікат кальцію" стосується сполук з кальцію та силікату, краще вибраних з трикальційсилікату, дикальційсилікату або будь-яких їх сумішей; ще краще трикальційсилікату C3S (формули Ca₃SiO₅), дикальційсилікату C2S (формули Ca₂SiO₄) або будь-яких їх сумішей.

55 "Суміш силікатів кальцію" стосується, відповідно до одного варіанта здійснення, загальної кількості силікату кальцію, присутнього в твердій фазі за винаходом, причому зазначений силікат кальцію перебуває у формі ультрадисперсних та/або не-ультрадисперсних частинок силікату кальцію. Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, вираз "суміш силікату кальцію" стосується сполуки (сполук) силікату кальцію, як визначено вище, тобто 60 трикальційсилікату, дикальційсилікату або будь-яких їх сумішей. Відповідно до одного варіанта

здійснення, вираз "суміш силікату кальцію" стосується суміші сполук силікату кальцію, як визначено вище, де сполуки силікату кальцію перебувають у формі ультрадисперсних та/або не-ультрадисперсних частинок силікату кальцію. Відповідно до одного варіанта здійснення, "суміш силікату кальцію" може включати силікат кальцію, який є частиною портландцементу та/або МТА.

"Частинка силікату кальцію": стосується агрегату, що містить одну чи декілька сполук силікату кальцію. Термін "частинка силікату кальцію" також включає агрегати, що складаються з однієї чи декількох сполук силікату кальцію.

"Грубо розмолоті частинки" означають частинки, що мають розмір d_{10} в діапазоні від більше ніж 1,7 до 5 мкм; розмір d_{50} в діапазоні від більше ніж 8 до 14 мкм, і розмір d_{90} в діапазоні від більше ніж 20 до 40 мкм; та питому площу поверхні в діапазоні від 0,3 до 1,2 м²/г.

"Подрібнені частинки" означають частинки, що мають розмір d_{10} в діапазоні від більше ніж 2 до 6 мкм; розмір d_{50} в діапазоні від більше ніж 17 до 25 мкм і розмір d_{90} в діапазоні від більше ніж 150 до 330 мкм; та питому площу поверхні близько 0,5 м²/г.

"Зубний цемент" означає будь-яку суміш, придатну для реставраційної стоматології, яка діє як адгезив для фіксації відливка до структури зуба.

"Стоматологічна композиція" стосується будь-якої суміші, придатної для застосування в стоматології.

"Подвійний шприц" стосується ін'єкційної системи, яка включає або складається із системи змішування та/або камери змішування, двох картриджей та плунжера.

"Розмір d_{10} " означає, що 10% частинок мають середній діаметр менше вказаного значення. Відповідно до одного з варіантів здійснення, розмір d_{10} вимірюють методом лазерної дифракції.

"Розмір d_{50} " означає, що 50% частинок мають середній діаметр менше вказаного значення. Відповідно до одного з варіантів здійснення, розмір d_{50} вимірюють методом лазерної дифракції.

"Розмір d_{90} " означає, що 90% частинок мають середній діаметр менше вказаного значення. Відповідно до одного з варіантів здійснення, розмір d_{90} вимірюють методом лазерної дифракції.

"Гліколь" або "діол": стосується будь-якої сполуки, що має дві гідроксильні групи, розташовані на різних атомах вуглецю. Відповідно до одного варіанта здійснення, термін "гліколь" включає віцинальний діол, тобто сполуку, що має дві гідроксильні групи, розташовані на двох суміжних атомах вуглецю. Приклади гліколей включають етиленгліколь, пропіленгліколь та поліетиленгліколь.

"Етиленгліколь": стосується гліколю формули $\text{HO}-(\text{CH}_2)_2-\text{OH}$.

"Швидкотверднучий": стосується сполуки або композиції, здатної тверднути після гідратації менш ніж за 12 хвилин, краще менш ніж за 9 хвилин.

"Молольний бісер": стосується фізичних елементів у вигляді інертних частинок, які перебувають в шліфувальному апараті та дозволяють механічно роздробити твердий матеріал на дрібніші частини.

"Молольна камера": стосується частини молольного пристрою, в яку вводиться твердий зразок для роздроблення на дрібніші частини.

"Час помелу": стосується часу, протягом якого здійснюється роздроблення твердого зразка на дрібніші частини.

"Отверділий стоматологічний матеріал": стосується матеріалу, придатного для стоматологічного застосування, який перебуває в твердій формі. Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, вираз "отверділий стоматологічний матеріал" стосується матеріалу, отриманого після отвердіння (або схоплювання) стоматологічної композиції за винаходом. "Отверділий стоматологічний пломбувальний матеріал" стосується, зокрема, отверділого стоматологічного матеріалу, придатного для заповнення зубної реставрації.

"Гідралічний цемент": стосується цементу, здатного до самотвердіння при контакті з водою.

"Лазерний дифракційний аналіз": стосується методу, що використовує дифракційні картини лазерного променя, пропущеного через твердий об'єкт, для визначення його розміру.

"Медичний виріб": стосується будь-якого апарата, матеріалу або предмета, застосовуваного окремо або в комбінації, який може бути використаний в діагностичних та/або терапевтичних цілях.

"Оксид металу": стосується хімічних сполук, що містять або складаються з катіону металу та аніону оксиду.

"Мікронізовані частинки" означають частинки, що мають розмір d_{10} в діапазоні від більше ніж 0,7 до 1,7 мкм; розмір d_{50} в діапазоні від більше ніж 2,9 до 8 мкм і розмір d_{90} в діапазоні від більше ніж 6 до 20 мкм; та питому площу поверхні в діапазоні від 0,8 до 3 м²/г.

"Модифікований полікарбоксилат": стосується будь-якого полімеру, що має як повторювану ланку мотив, який включає принаймні одну карбоксилатну функцію, і при цьому частина або всі

вказані карбоксилатні функції були модифіковані для забезпечення іншої хімічної функції. Відповідно до одного з варіантів здійснення, вираз "модифікований полікарбоксилат" стосується будь-якого полімеру, що містить принаймні дві карбоксилатні функції на основному ланцюзі, і при цьому частина або всі вказані карбоксилатні функції були модифіковані для забезпечення іншої хімічної функції. Відповідно до одного варіанта здійснення, вираз "модифікований полікарбоксилат" стосується полімеру з декількома карбоксилатними функціями, в якому частина або всі вказані карбоксилатні функції прореагували з однією функціональною групою хімічного компонента, причому вказану функціональну групу вибирають з аміну, гідроксилу, нітрилу та галоїду.

- "МТА" або "мінеральний триоксидний агрегат": стосується гідралічного цементу, що включає портландцемент в сполученні з радіонепрозорим матеріалом, який може бути, наприклад, оксидом вісмуту. Відповідно до одного з варіантів здійснення, термін "МТА" стосується гідралічного цементу, що включає трикальційсилікат, дикальційсилікат, тетракальційалюмоферит, сульфат кальцію та радіонепрозорий матеріал, такий як оксид вісмуту.

"Неводний" (див. також "безводний") стосується будь-якої сполуки або композиції, що не містить води та/або вологи.

"Пігмент": стосується будь-якої забарвлювальної хімічної сполуки, яка може бути натуральною або синтетичною, мінеральною або органічною.

"Поліетиленгліколь" або "поліетиленоксид": стосується полімеру, який є поліефірною сполукою загальної формули $H-[O-CH_2-CH_2]_n-OH$, де n позначає ціле додатне число.

"Портландцемент": стосується гідралічного матеріалу, що складається принаймні на дві третини по масі із силікатів кальцію ($3CaO \cdot SiO_2$ та $2CaO \cdot SiO_2$) як основного компонента та включає додаткові сполуки, в тому числі алюміній- та/або залізовмісні клінкерні фази (наприклад, трикальційалюмінат та тетракальційалюмоферит). Вираз "портландцемент" включає всі відомі фахівцю композиції портландцементу, наприклад, суміші, визначені європейським стандартом EN 197 та міжнародним стандартом ASTM C150.

"Радіопоглинаючий агент" або "радіонепрозорий матеріал": позначає речовину, яку додають в матеріал для того, щоб зробити його непрозорим, особливо для того, щоб зробити його видимим при рентгенівській візуалізації.

"Прискорювач схоплювання" означає будь-яку речовину, яка зменшує час схоплювання матеріалу при додаванні до нього у порівнянні з часом схоплювання того ж самого матеріалу без цієї речовини.

"Час схоплювання" в даному документі стосується періоду часу, необхідного для повного отвердіння стоматологічної композиції за винаходом після її гідратації. Час схоплювання починається при поміщенні досліджуваної композиції у визначені умови температури та гігromетрії (звичайно водяна баня при 37 °C). Час схоплювання може бути вимірний декількома методами, такими як, наприклад, з використанням приладу Гілмора (голки Гілмора) або приладу Віка (голки Віка). Наприклад, час схоплювання може бути вимірний за допомогою приладу Гілмора: матеріал для тестування поміщають в форму, яку поміщають на водяну баню при температурі 37 °C, схоплювання матеріалу оцінюють за допомогою голки Гілмора вагою 400 г, і матеріал вважають таким, що схопився, коли голка не залишає слідів на поверхні форми. Час схоплювання відповідає періоду часу між поміщенням форм на водяну баню та спостережуваним схоплюванням.

"Розмір": стосується середнього діаметра частинки.

"Питома площа поверхні" або "питома поверхня": означає співвідношення площі фактичної поверхні об'єкта та кількості речовини зазначеного об'єкта. Питома площу поверхні виражають в квадратних метрах на грам (m^2/g). Відповідно до одного варіанта здійснення, питому поверхню вимірюють методом БЕТ (метод Брунауера, Еммета та Теллера).

"Суб'єкт": стосується теплокровної тварини, найкраще, людини. Краще, суб'єкт є пацієнтом, тобто суб'єкт очікує отримання, або отримує медичну допомогу, або є/буде об'єктом медичної процедури.

"Текстуруючий агент": стосується будь-якої сполуки, яка при додаванні до речовини підвищує в'язкість та зв'язність цієї речовини.

"Лікування" або "лікувати": стосується терапевтичного лікування, метою якого є зцілення або уповільнення (зменшення) цільового патологічного стану або розладу. Суб'єкт або свавець успішно "лікується" від захворювання або розладу, якщо після отримання стоматологічної композиції або отверділого стоматологічного матеріалу за даним винаходом у пацієнта спостерігається помітне та/або вимірюване зменшення одного чи декількох симптомів, пов'язаних з конкретним захворюванням або станом; і поліпшення якості життя. Вищевказані

параметри для оцінки успішного лікування та поліпшення захворювання або стану легко вимірюють за допомогою звичайних процедур, відомих лікарю.

"Ультрадисперсні частинки": стосуються частинок, що мають розмір d_{10} менше 0,7 мкм; розмір d_{50} в діапазоні від 0,7 мкм до 2,9 мкм, і розмір d_{90} в діапазоні від 2,0 мкм до 7,0 мкм; та питому площу поверхні, виміряну методом БЕТ, в діапазоні від 3 до 11 м²/г. Відповідно до одного з варіантів здійснення, розміри d_{10} , d_{50} та d_{90} вимірюють методом лазерної дифракції. Відповідно до одного з варіантів здійснення, ультрадисперсні частинки також стосуються частинок, що мають розмір d_{10} в діапазоні від 0,4 мкм до 0,9 мкм, краще в діапазоні від 0,4 мкм до 0,82 мкм, або від 0,4 мкм до 0,8 мкм; розмір d_{50} в діапазоні від 0,7 мкм до 2,9 мкм; і розмір d_{90} в діапазоні від 1,3 до 7 мкм. Відповідно до одного варіанта здійснення, ультрадисперсні частинки мають розмір d_{10} в діапазоні від 0,4 мкм до 0,8 мкм; розмір d_{50} в діапазоні від 0,8 мкм до 2,1 мкм; розмір d_{90} в діапазоні від 1,4 до 7 мкм; та питому площу поверхні, виміряну методом БЕТ, в діапазоні від 3 до 11 м²/г.

"Безводний" (див. також "неводний"): стосується будь-якої неводної або негідратованої сполуки, фази або матеріалу. Відповідно до одного з варіантів здійснення термін "негідратований" також означає, що зазначена сполука або матеріал не контактували з якими-небудь молекулами води.

"Пластифікатор": стосується речовини, здатної поліпшувати реологічні властивості композиції. Зокрема, "пластифікатор" може бути пластифікуючим або флюїдизуючим агентом.

"Робочий час" стосується періоду часу, протягом якого практикуючий лікар може працювати із стоматологічною композицією до її поміщення в ротову порожнину суб'єкта, що потребує цього. В одному варіанті здійснення винаходу, робочий час відповідає періоду часу між закінченням змішування фази силікату кальцію з водною фазою та початком отвердіння, коли композиція робиться занадто твердою для маніпуляцій лікаря. Краще, робочий час становить більше 1 хвилини.

Крім того, в даному винаході при посиланні на діапазон мається на увазі таке: "в діапазоні від X до Y" означає, що X та Y є включеними до діапазону; "в діапазоні від більше ніж X до Y" означає, що X не включений до діапазону, а Y включений до діапазону; і "менш ніж X" означає, що діапазон включає X або менші значення.

ДЕТАЛЬНИЙ ОПИС

Таким чином, даний винахід стосується забезпечення стоматологічного реставраційного матеріалу, отриманого із стоматологічного гідралічного цементу, а саме цементу на основі силікату кальцію, який має короткий час схоплювання та гарну міцність на стиснення після отвердіння.

Винахід також стосується забезпечення вихідних композицій, що дозволяють виробляти стоматологічний реставраційний матеріал за винаходом. В одному варіанті здійснення винаходу, таким чином, пропонується безводна фаза силікату кальцію, придатна для одержання стоматологічного реставраційного матеріалу за винаходом.

Рішення за винаходом включає використання ультрадисперсних частинок силікату кальцію (далі "частинки UCS") в безводній фазі силікату кальцію, причому частинки UCS мають точно визначену гранулометрію, та регулювання інших компонентів таким чином, щоб кількість води, необхідна для схоплювання гідралічного цементу, залишалась низькою.

Спочатку детально описані властивості придатних частинок UCS. Потім описується склад вихідних композицій та наборів, придатних для одержання очікуваного стоматологічного реставраційного матеріалу. Також обговорюються властивості отриманого стоматологічного реставраційного матеріалу та можливі галузі його застосування.

Частинки UCS

В одному варіанті здійснення винахід стосується ультрадисперсних частинок силікату кальцію (частинки UCS).

Відповідно до одного варіанта здійснення, силікат кальцію частинок UCS за винаходом вибраний з трикальційсилікату, дикальційсилікату або будь-яких їх сумішей; краще є трикальційсилікатом (C3S). Відповідно до одного варіанта здійснення, трикальційсилікат вибраний зі сполуки формули Ca_3SiO_5 (також позначуваної як "C3S") та формули $\text{Ca}_3\text{Si}_2\text{O}_9$ (також позначуваної як "оксосиландіолат кальцію"). Відповідно до одного варіанта здійснення, дикальційсилікат є сполукою формули Ca_2SiO_4 (також позначуваною як "C2S").

В одному варіанті здійснення винаходу силікат кальцію частинок UCS може бути силікатом кальцію, присутнім в портландцементі. В іншому варіанті здійснення винаходу силікат кальцію частинок UCS може бути силікатом кальцію, присутнім в мінеральному триоксидному агрегаті (MTA).

Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, частинки UCS мають форму порошку.

В одному з варіантів здійснення винаходу частинки UCS можуть бути охарактеризовані їх гранулометричним складом, особливо розмірами d_{10} , d_{50} та/або d_{90} . Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, розміри d_{10} , d_{50} та d_{90} вимірюють методом лазерної дифракції.

D90

5 Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS мають розмір d_{90} в діапазоні від 1,4 мкм до 6,0 мкм, краще від 1,4 до 5,0 мкм, ще краще від 1,4 до 3,5 мкм.

В одному варіанті здійснення частинки UCS мають розмір d_{90} в діапазоні від 1,4 мкм до 5,9 мкм, від 1,4 мкм до 5,8 мкм, від 1,4 мкм до 5,7 мкм, від 1,4 мкм до 5,6 мкм, від 1,4 мкм до 5,5 мкм, від 1,4 мкм до 5,4 мкм, від 1,4 мкм до 5,3 мкм, від 1,4 мкм до 5,2 мкм, від 1,4 мкм до 5,1 мкм, від 1,4 мкм до 5,0 мкм, від 1,4 мкм до 4,9 мкм, від 1,4 мкм до 4,8 мкм, від 1,4 мкм до 4,7 мкм, від 1,4 мкм до 4,6 мкм, від 1,4 мкм до 4,5 мкм, від 1,4 мкм до 4,4 мкм, від 1,4 мкм до 4,3 мкм, від 1,4 мкм до 4,2 мкм, від 1,4 мкм до 4,1 мкм, від 1,4 мкм до 4,0 мкм, від 1,4 мкм до 3,9 мкм, від 1,4 мкм до 3,8 мкм, від 1,4 мкм до 3,7 мкм, від 1,4 мкм до 3,6 мкм, від 1,4 мкм до 3,5 мкм, від 1,4 мкм до 3,4 мкм, від 1,4 мкм до 3,3 мкм, від 1,4 мкм до 3,2 мкм, від 1,4 мкм до 3,1 мкм, від 1,4 мкм до 3,0 мкм, від 1,4 мкм до 2,9 мкм, від 1,4 мкм до 2,8 мкм, від 1,4 мкм до 2,7 мкм, від 1,4 мкм до 2,6 мкм, від 1,4 мкм до 2,5 мкм, від 1,4 мкм до 2,4 мкм, від 1,4 мкм до 2,3 мкм, від 1,4 мкм до 2,2 мкм, від 1,4 мкм до 2,1 мкм, від 1,4 мкм до 2,0 мкм, від 1,4 мкм до 1,9 мкм, від 1,4 мкм до 1,8 мкм, від 1,4 мкм до 1,7 мкм, від 1,4 мкм до 1,6 мкм, від 1,4 мкм до 1,5 мкм. Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS мають розмір d_{90} в діапазоні від 1,3 мкм до 7 мкм, краще від 1,4 мкм до 7 мкм, ще краще від 1,4 мкм до 6 мкм, ще краще від 2 мкм до 5 мкм, і ще краще від 2,05 мкм до 4,55 мкм. Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS мають розмір d_{90} 2,1, 2,2, 2,3, 2,4, 2,5, 2,6, 2,7, 2,8, 2,9, 3, 3,1, 3,2, 3,3, 3,4, 3,5, 3,6, 3,7, 3,8, 3,9, 4, 4,1, 4,2, 4,3, 4,4, 4,5, 4,6, 4,7, 4,8, 4,9 або 5 мкм. Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS мають розмір d_{90} в діапазоні від 1,5 мкм до 6,0 мкм, краще від 2 мкм до 6 мкм, від 2,5 мкм до 6 мкм, від 3 мкм до 6 мкм, від 3,5 мкм до 6 мкм, від 4 мкм до 6 мкм, від 4,5 мкм до 6 мкм, або від 5 мкм до 6 мкм. Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS мають розмір d_{90} в діапазоні від 2 мкм до 4,6 мкм, краще від 2 мкм до 4,7 мкм, від 2 мкм до 4,8 мкм, або від 2 мкм до 4,9 мкм. Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS мають розмір d_{90} 2,05 мкм, 2,47 мкм, 3,12 мкм або 4,55 мкм.

Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS мають розмір d_{90} в діапазоні від 1,5 мкм до 2 мкм. Відповідно до одного з варіантів здійснення, частинки UCS мають розмір d_{90} 1,51; 1,52; 1,53; 1,54; 1,55; 1,56; 1,57; 1,58; 1,59; 1,60; 1,61; 1,62; 1,63; 1,64; 1,65; 1,66; 1,67; 1,68; 1,69; 1,70; 1,71; 1,72; 1,73; 1,74; 1,75; 1,76; 1,77; 1,78; 1,79; 1,80; 1,81; 1,82; 1,83; 1,84; 1,85; 1,86; 1,87; 1,88; 1,89; 1,90; 1,91; 1,92; 1,93; 1,94; 1,95; 1,96; 1,97; 1,98; 1,99; 2,00; 2,01; 2,02; 2,03; 2,04; 2,05 мкм. Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS мають розмір d_{90} в діапазоні від 4 до 7 мкм. Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS мають розмір d_{90} 4,0; 4,1; 4,2; 4,3; 4,4; 4,5; 4,6; 4,7; 4,8; 4,9; 5,0; 5,1; 5,2; 5,3; 5,4; 5,5; 5,6; 5,7; 5,8; 5,9; 6; 6,1; 6,2; 6,3; 6,4; 6,5; 6,6; 6,7; 6,8; 6,9 або 7,0 мкм.

Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS мають розмір d_{90} в діапазоні від 1,3 мкм до 6,0 мкм, краще від 1,3 до 5,0 мкм, ще краще від 1,3 до 3,5 мкм. В одному варіанті здійснення частинки UCS мають розмір d_{90} в діапазоні від 1,3 мкм до 5,9 мкм, від 1,3 мкм до 5,8 мкм, від 1,3 мкм до 5,7 мкм, від 1,3 мкм до 5,6 мкм, від 1,3 мкм до 5,5 мкм, від 1,3 мкм до 5,4 мкм, від 1,3 мкм до 5,3 мкм, від 1,3 мкм до 5,2 мкм, від 1,3 мкм до 5,1 мкм, від 1,3 мкм до 5,0 мкм, від 1,3 мкм до 4,9 мкм, від 1,3 мкм до 4,8 мкм, від 1,3 мкм до 4,7 мкм, від 1,3 мкм до 4,6 мкм, від 1,3 мкм до 4,5 мкм, від 1,3 мкм до 4,4 мкм, від 1,3 мкм до 4,3 мкм, від 1,3 мкм до 4,2 мкм, від 1,3 мкм до 4,1 мкм, від 1,3 мкм до 4,0 мкм, від 1,3 мкм до 3,9 мкм, від 1,3 мкм до 3,8 мкм, від 1,3 мкм до 3,7 мкм, від 1,3 мкм до 3,6 мкм, від 1,3 мкм до 3,5 мкм, від 1,3 мкм до 3,4 мкм, від 1,3 мкм до 3,3 мкм, від 1,3 мкм до 3,2 мкм, від 1,3 мкм до 3,1 мкм, від 1,3 мкм до 3,0 мкм, від 1,3 мкм до 2,9 мкм, від 1,3 мкм до 2,8 мкм, від 1,3 мкм до 2,7 мкм, від 1,3 мкм до 2,6 мкм, від 1,3 мкм до 2,5 мкм, від 1,3 мкм до 2,4 мкм, від 1,3 мкм до 2,3 мкм, від 1,3 мкм до 2,2 мкм, від 1,3 мкм до 2,1 мкм, від 1,3 мкм до 2,0 мкм, від 1,3 мкм до 1,9 мкм, від 1,3 мкм до 1,8 мкм, від 1,3 мкм до 1,7 мкм, від 1,3 мкм до 1,6 мкм, від 1,3 мкм до 1,5 мкм.

D50

Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS мають розмір d_{50} в діапазоні від 0,7 мкм до 2,9 мкм, краще від 0,7 мкм до 2,0 мкм, ще краще від 0,7 мкм до 1,5 мкм. Відповідно до одного варіанта здійснення частинки UCS мають розмір d_{50} в діапазоні від 0,7 мкм до 2,8 мкм, від 0,7 мкм до 2,7 мкм, від 0,7 мкм до 2,6 мкм, від 0,7 мкм до 2,5 мкм, від 0,7 мкм до 2,4 мкм, від 0,7 мкм до 2,3 мкм, від 0,7 мкм до 2,2 мкм, від 0,7 мкм до 2,1 мкм, від 0,7 мкм до 2,0 мкм, від 0,7 мкм до 1,9 мкм, від 0,7 мкм до 1,8 мкм, від 0,7 мкм до 1,7 мкм, від 0,7 мкм до 1,6 мкм, від 0,7 мкм до 1,5 мкм, від 0,7 мкм до 1,4 мкм, від 0,7 мкм до 1,3 мкм, від 0,7 мкм до 1,2 мкм, від 0,7 мкм до

1,1 мкм, від 0,7 мкм до 1,0 мкм, від 0,7 мкм до 0,9 мкм, від 0,7 мкм до 0,8 мкм. Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS мають розмір d_{50} в діапазоні від 0,8 мкм до 2,9 мкм; краще в діапазоні від 0,8 мкм до 2,1 мкм; краще від 1,5 мкм до 2,1 мкм; краще від 1,04 мкм до 2,1 мкм; ще краще від 1 мкм до 2,1 мкм, або від 1,04 мкм до 1,93 мкм. Відповідно до одного варіанта здійснення частинки UCS мають розмір d_{50} в діапазоні від 1 мкм до 2,9 мкм, краще від 1 мкм до 2,8 мкм; від 1 мкм до 2,7 мкм; від 1 мкм до 2,6 мкм; від 1 мкм до 2,5 мкм; від 1 мкм до 2,4 мкм; від 1 мкм до 2,3 мкм; від 1 мкм до 2,2 мкм; від 1 мкм до 2,1 мкм; від 1 мкм до 2,0 мкм; від 1 мкм до 1,9 мкм; від 1 мкм до 1,8 мкм; від 1 мкм до 1,7 мкм; від 1 мкм до 1,6 мкм; або від 1 мкм до 1,5 мкм. Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS мають розмір d_{50} в діапазоні від 1,1 мкм до 2,9 мкм, краще від 1,2 мкм до 2,9 мкм; від 1,3 мкм до 2,9 мкм; від 1,4 мкм до 2,9 мкм; від 1,5 мкм до 2,9 мкм; від 1,6 мкм до 2,9 мкм; від 1,7 мкм до 2,9 мкм; від 1,8 мкм до 2,9 мкм; від 1,9 мкм до 2,9 мкм; від 2 мкм до 2,9 мкм; від 2,1 мкм до 2,9 мкм; від 2,2 мкм до 2,9 мкм; від 2,3 мкм до 2,9 мкм; або від 2,4 мкм до 2,9 мкм. Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS мають розмір d_{50} 1,04 мкм, 1,29 мкм, 1,50 мкм або 1,93 мкм. Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS мають розмір d_{50} 0,80; 0,81; 0,82; 0,83; 0,84; 0,85; 0,86; 0,87; 0,88; 0,89; 0,90; 0,91; 0,92; 0,93; 0,94; 0,95; 0,96; 0,97; 0,98; 0,99; або 1 мкм.

D10

Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS мають розмір d_{10} менше 0,7 мкм, краще в діапазоні від 0,1 мкм до 0,7 мкм; ще краще від 0,2 мкм до 0,6 мкм; від 0,3 мкм до 0,55 мкм; від 0,35 мкм до 0,50 мкм; від 0,40 мкм до 0,50 мкм.

Відповідно до одного з варіантів здійснення, частинки UCS мають розмір d_{10} в діапазоні від 0,4 мкм до 0,9 мкм, краще від 0,5 мкм до 0,9 мкм, від 0,4 мкм до 0,85 мкм, від 0,4 мкм до 0,82 мкм, або від 0,5 мкм до 0,85 мкм, ще краще від 0,4 мкм до 0,82 мкм, від 0,4 мкм до 0,8 мкм, або від 0,4 мкм до 0,7 мкм. Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS мають розмір d_{10} в діапазоні від 0,4 мкм до 0,6 мкм, ще краще від 0,4 мкм до 0,5 мкм. Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS мають розмір d_{10} в діапазоні від 0,5 мкм до 0,9 мкм, від 0,6 мкм до 0,9 мкм, від 0,7 мкм до 0,9 мкм, або від 0,8 мкм до 0,9 мкм. Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS мають розмір d_{10} 0,5 мкм; 0,51; 0,52; 0,53; 0,54; 0,55; 0,56; 0,57; 0,58; 0,59; 0,60; 0,61; 0,62; 0,63; 0,64; 0,65; 0,66; 0,67; 0,68; 0,69; 0,70; 0,71; 0,72; 0,73; 0,74; 0,75; 0,76; 0,77; 0,78; 0,79; 0,80; 0,81; або 0,82 мкм.

Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS характеризуються:

- розміром d_{50} в діапазоні від 0,7 мкм до 2,9 мкм; і
- розміром d_{90} в діапазоні від 1,4 мкм до 6,0 мкм;

при цьому розміри d_{50} та d_{90} вимірюють методом лазерної дифракції.

Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS характеризуються:

- розміром d_{50} в діапазоні від 0,4 мкм до 0,9 мкм, краще від 0,4 мкм до 0,82 мкм, або від 0,4 мкм до 0,8 мкм; ще краще від 0,5 мкм до 0,8 мкм; і
- розміром d_{90} в діапазоні від 1,3 мкм до 7,0 мкм, краще від 1,4 мкм до 7 мкм;

при цьому розміри d_{50} та d_{90} вимірюють методом лазерної дифракції.

Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS характеризуються:

- розміром d_{50} в діапазоні від 1 мкм до 2,9 мкм, краще від 1 мкм до 2,1 мкм; і
- розміром d_{90} в діапазоні від 1,4 мкм до 6,0 мкм, краще від 2 мкм до 5 мкм;

при цьому розміри d_{50} та d_{90} вимірюють методом лазерної дифракції.

Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS характеризуються:

- розміром d_{10} менше 0,7 мкм;
- розміром d_{50} в діапазоні від 0,7 мкм до 2,9 мкм; і
- розміром d_{90} в діапазоні від 1,4 мкм до 6,0 мкм;

при цьому розміри d_{10} , d_{50} та d_{90} вимірюють методом лазерної дифракції.

Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS характеризуються:

- розміром d_{10} в діапазоні від 0,1 мкм до 0,7 мкм;
- розміром d_{50} в діапазоні від 0,7 мкм до 2,9 мкм; і
- розміром d_{90} в діапазоні від 1,4 мкм до 6,0 мкм;

при цьому розміри d_{10} , d_{50} та d_{90} вимірюють методом лазерної дифракції.

Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS характеризуються:

- розміром d_{10} в діапазоні від 0,5 мкм до менш ніж 0,7 мкм,
- розміром d_{50} в діапазоні від 0,7 мкм до 2,9 мкм, краще від 1 мкм до 2,1 мкм; і
- розміром d_{90} в діапазоні від 1,4 мкм до 6,0 мкм, краще від 2 мкм до 5 мкм;

при цьому розміри d_{10} , d_{50} та d_{90} вимірюють методом лазерної дифракції.

Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS характеризуються:

- розміром d_{10} в діапазоні від менш ніж 0,7 мкм до 0,9 мкм, краще від 0,7 мкм до 0,9 мкм;

- розміром d_{50} в діапазоні від 0,7 мкм до 2,9 мкм, краще від 1 мкм до 2,1 мкм; і
 - розміром d_{90} в діапазоні від 1,4 мкм до 6,0 мкм, краще від 2 мкм до 5 мкм;
 при цьому розміри d_{10} , d_{50} та d_{90} вимірюють методом лазерної дифракції.
 Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS характеризуються:

5 - розміром d_{10} в діапазоні від 0,5 мкм до 0,9 мкм,
 - розміром d_{50} в діапазоні від 1 мкм до 2,1 мкм та
 - розміром d_{90} в діапазоні від 2,0 мкм до 5,0 мкм,
 при цьому розміри d_{10} , d_{50} та d_{90} вимірюють методом лазерної дифракції.

10 Частинки UCS також можуть характеризуватися питомою поверхнею. Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS мають питому площу поверхні, виміряну методом БЕТ (метод Брунауера, Еммета та Теллера), в діапазоні від 3 до 11 м²/г; краще від 3 до 9 м²/г; краще від 4 до 8 м²/г, найкраще від 5 до 7 м²/г. Відповідно до одного з варіантів здійснення, частинки UCS мають питому площу поверхні, виміряну методом БЕТ, в діапазоні від 4 до 11 м²/г, від 5 до 11 м²/г, від 6 до 11 м²/г, від 7 до 11 м²/г, від 8 до 11 м²/г, від 9 до 11 м²/г, від 10 до 11 м²/г.
 15 Відповідно до одного з варіантів здійснення, частинки UCS мають питому площу поверхні, виміряну методом БЕТ, в діапазоні від 3 до 9 м²/г; краще від 3 до 8 м²/г, від 3 до 7 м²/г, від 3 до 6 м²/г, від 3 до 5 м²/г або від 3 до 4 м²/г. Відповідно до одного з варіантів здійснення, частинки UCS мають питому площу поверхні, виміряну методом БЕТ, близько 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 або 11 м²/г. Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS мають питому площу поверхні,
 20 виміряну методом БЕТ, в діапазоні від 5 м²/г до 9 м²/г, краще від 5,17 м²/г до 8,72 м²/г.

Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS характеризуються:
 - питомою площею поверхні, виміряною методом БЕТ, в діапазоні від 3 до 11 м²/г; і
 - d_{10} , d_{50} та d_{90} , як визначено в даному документі вище.

Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS характеризуються:
 25 - питомою площею поверхні, виміряною методом БЕТ, в діапазоні від 3 до 11 м²/г;
 - розміром d_{10} менше 0,7 мкм;
 - розміром d_{50} в діапазоні від 0,7 мкм до 2,9 мкм; і
 - розміром d_{90} в діапазоні від 1,4 мкм до 6,0 мкм;
 причому розміри d_{10} , d_{50} та d_{90} вимірюють методом лазерної дифракції.

30 Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS характеризуються:
 - питомою площею поверхні, виміряною методом БЕТ, в діапазоні від 3 до 11 м²/г;
 - розміром d_{10} в діапазоні від 0,1 мкм до 0,7 мкм;
 - розміром d_{50} в діапазоні від 0,7 мкм до 1,5 мкм; і
 - розміром d_{90} в діапазоні від 1,4 мкм до 3,5 мкм;

35 причому розміри d_{10} , d_{50} та d_{90} вимірюють методом лазерної дифракції.

Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS характеризуються:
 - питомою площею поверхні, виміряною методом БЕТ, в діапазоні від 3 до 11 м²/г, краще від
 5 до 9 м²/г;

40 - розміром d_{10} в діапазоні від 0,5 мкм до 0,9 мкм,
 - розміром d_{50} в діапазоні від 0,7 мкм до 2,9 мкм,
 - розміром d_{90} в діапазоні від 1,4 мкм до 6,0 мкм;
 причому розміри d_{10} , d_{50} та d_{90} вимірюють методом лазерної дифракції.

Відповідно до одного варіанта здійснення, частинки UCS характеризуються:

45 - питомою площею поверхні, виміряною методом БЕТ, в діапазоні від 3 до 11 м²/г, краще від 5 до 9 м²/г;
 - розміром d_{10} в діапазоні від 0,5 мкм до 0,9 мкм,
 - розміром d_{50} в діапазоні від 1 мкм до 2,1 мкм і
 - розміром d_{90} в діапазоні від 2,0 мкм до 5,0 мкм,
 причому розміри d_{10} , d_{50} та d_{90} вимірюють методом лазерної дифракції.

50 Ультрадисперсні частинки UCS, як визначено вище, можуть бути одержані різними способами виробництва.

Відповідно до першого варіанта здійснення винаходу, частинки UCS можуть бути виготовлені за допомогою процесу механічного подрібнення. Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, процес механічного подрібнення включає:

55 (i) змішування подрібнених та/або грубо розмолотих частинок силікату кальцію з неводним розчинником, таким як спирт, в молольній камері; і

(ii) подрібнення суміші, отриманої на стадії (i), за допомогою молольного бісеру, який краще має діаметр в діапазоні від 0,4 мм до 3 мм.

Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, подрібнені та/або грубо розмолоті частинки силікату кальцію, використовувані для виробництва частинок UCS за винаходом,
 60

вибирають з подрібненого та/або грубо розмолотого трикальційсилікату, дикальційсилікату або будь-яких їх сумішей; краще подрібненого та/або грубо розмолотого трикальційсилікату (C3S). В одному варіанті здійснення винаходу подрібнені та/або грубо розмолоті частинки силікату кальцію, використовувані для виробництва частинок UCS, є силікатом кальцію, присутнім в портландцементі. В цьому випадку подрібнений та/або грубо розмолотий портландцемент подрібнюють так, щоб присутні в ньому частинки силікату кальцію мали характеристики частинок UCS за винаходом. В одному варіанті здійснення винаходу подрібнені та/або грубо розмолоті частинки силікату кальцію, використовувані для виробництва частинок UCS за винаходом, є силікатом кальцію, присутнім в мінеральному триоксидному агрегаті (MTA). В цьому випадку подрібнений та/або грубо розмолотий MTA подрібнюють так, щоб присутні в ньому частинки силікату кальцію мали характеристики частинок UCS за винаходом.

Відповідно до одного варіанта здійснення, неводний розчинник є спиртом. В одному варіанті здійснення спирт вибирають з первинного, вторинного або третинного спирту. Відповідно до одного варіанта здійснення, спирт є ізопропанолом.

Відповідно до одного з варіантів здійснення винаходу, молольна камера не виготовлена з нержавіючої сталі, щоб уникнути почорніння порошку та запобігти забрудненню порошку присутністю слідів нержавіючої сталі. Відповідно до одного з варіантів здійснення винаходу, молольна камера виготовлена з та/або покрита оксидами металів, такими як оксид цирконію, карбід вольфраму та/або карбід кремнію.

Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, молольну камеру заповнюють 33% об. частинок силікату кальцію для подрібнення та 66% об. спирту. Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, молольну камеру заповнюють 50% об. частинок силікату кальцію для подрібнення та 50% об. спирту.

Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, стадія (i) здійснюється шляхом змішування подрібнених або грубо розмолотих частинок C3S з ізопропанолом, краще в молольній камері молольного апарата.

Відповідно до одного варіанта здійснення, стадія подрібнення (ii) є механічним подрібненням. Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, подрібнення здійснюється молольним апаратом, добре відомим кваліфікованому фахівцю, таким як, наприклад, EMAX® фірми RETSCH.

Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, молольний бісер не виготовляють з нержавіючої сталі з тих самих причин, що були описані вище. Відповідно до одного варіанта здійснення, молольний бісер виготовлений з та/або покритий оксидами металів, такими як оксид цирконію; карбід вольфраму та/або карбід кремнію.

Відповідно до одного варіанта здійснення середній діаметр молольного бісеру має значення в діапазоні від 0,4 мм до 3 мм; краще від 0,5 до 2,5 мм; від 0,5 до 2 мм; від 0,5 до 1,5 мм; або від 0,5 до 1 мм; або від 0,4 мм до 0,8 мм.

Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, подрібнення проводять протягом певного часу від 1 хв до 60 хв, краще від 10 хв до 40 хв; ще краще від 20 хв до 30 хв. Такий короткий час подрібнення дозволяє уникнути забруднення порошку частинок UCS мінеральними або металевими елементами засобів подрібнення.

Відповідно до одного варіанта здійснення, подрібнення здійснюють зі швидкістю подрібнення в діапазоні від більш ніж 0 до 5000 об/хв; краще від 1000 об/хв до 3000 об/хв; ще краще близько 1900 об/хв. Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, подрібнення здійснюють зі швидкістю подрібнення від 9 до 15 м/с.

Відповідно до одного варіанта здійснення, спосіб за винаходом проводять із 45 г грубо розмолотих частинок C3S, 30 мл ізопропанолу та 90 г молольного бісеру. Відповідно до одного варіанта здійснення, спосіб за винаходом здійснюють за допомогою апарата EMAX® зі швидкістю подрібнення близько 1900 об/хв протягом 20 хв.

Відповідно до одного варіанта здійснення, процес виробництва частинок UCS додатково включає стадію сушки. Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, стадія сушки проводиться після стадії (ii). Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, стадія сушки дозволяє видалити з подрібненої суміші спирт, наприклад, ізопропанол. Відповідно до одного варіанта здійснення, стадію сушки проводять при температурі від 30 °C до 300 °C; краще від 40 °C до 100 °C; ще краще близько 50 °C. Відповідно до одного варіанта здійснення, стадію сушки проводять при температурі близько 90 °C.

Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, спосіб за винаходом додатково включає стадію просіювання. Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, стадію просіювання здійснюють шляхом пропускання подрібненої суміші, отриманої після стадії (ii), через сито.

Частинки UCS, як визначено вище, можуть бути використані як прискорювач схоплювання; краще як прискорювач схоплювання стоматологічної композиції, такої як гідралічний стоматологічний цемент. В одному варіанті здійснення винаходу, при використанні в стоматологічному гідралічному цементі, частинки UCS за винаходом скорочують час схоплювання цементу на 10-70 %, у порівнянні з таким самим стоматологічним гідралічним цементом, що містить тільки частинки не-ультрадисперсного силікату кальцію; краще на 30-65 %; ще краще на 40-65 %. Відповідно до одного варіанта здійснення, при використанні в стоматологічному гідралічному цементі, частинки UCS за винаходом скорочують час схоплювання цементу приблизно на 10 %, 15 %, 20 %, 25 %, 30 %, 35 %, 40 %, 45 %, 50 %, 60 % або навіть 65 % у порівнянні з таким самим стоматологічним гідралічним цементом, що містить тільки частинки не-ультрадисперсного силікату кальцію.

Порошкова фаза та водна рідка фаза

Таким чином, винахід стосується забезпечення вихідних композицій, що дозволяють виробляти стоматологічний реставраційний матеріал за винаходом, зокрема, він пропонує безводні фази силікату кальцію, що містять частинки UCS.

В одному варіанті здійснення винаходу пропонується порошкова фаза, що містить частинки UCS, краще безводна порошкова фаза, що містить частинки UCS, ще краще порошкова фаза безводного цементного силікату кальцію, що містить частинки UCS. В цьому варіанті здійснення винаходу також необхідна водна фаза, краще водна рідка фаза, щоб при змішуванні з порошковою фазою, що містить частинки UCS, отримувати стоматологічний реставраційний матеріал за винаходом.

Порошкова фаза

В одному варіанті здійснення винаходу порошкова фаза включає частинки UCS, як визначено вище.

В кращому варіанті здійснення порошкова фаза є безводною або зневоженою. Дійсно, в присутності води силікат кальцію починає твердіти. Тому важливо, щоб під час зберігання порошкова фаза залишалася безводною, щоб уникнути її небажаного твердіння на цій стадії.

Відповідно до одного варіанта здійснення, порошкова фаза є фазою силікату кальцію, краще цементною фазою на основі силікату кальцію. Відповідно до одного варіанта здійснення, порошкова фаза включає ультрадисперсні та не-ультрадисперсні частинки силікату кальцію. Відповідно до одного з варіантів здійснення винаходу, порошкова фаза не включає жодного алюмінату, наприклад, алюмінату кальцію. Відповідно до одного з варіантів здійснення, порошкова фаза не включає жодного галогену або галогенованих сполук, таких як, наприклад, фторид. Відповідно до одного з варіантів здійснення винаходу, порошкова фаза не включає жодних фосфатів, таких як, наприклад, фосфат кальцію. Відповідно до одного з варіантів здійснення винаходу, порошкова фаза не включає жодних пористих речовин. Відповідно до одного з варіантів здійснення, порошкова фаза не включає жодних пористих наповнювачів та/або пористих волокон.

Відповідно до одного варіанта здійснення, порошкова фаза включає ультрадисперсні частинки силікату кальцію, як визначено вище, та інші компоненти, які мають форму не ультрадисперсних частинок, а подрібнених, грубо розмолотих та/або мікронізованих частинок. "Іншими компонентами" порошкової фази можуть бути домішки, детально описані нижче, та/або не-ультрадисперсні частинки силікату кальцію.

Відповідно до одного варіанта здійснення, порошкова фаза включає суміш силікату кальцію, причому суміш силікату кальцію включає (i) частинки UCS за винаходом і, необов'язково, (ii) не-ультрадисперсні частинки силікату кальцію.

В даному винаході вираз "не-ультрадисперсні частинки силікату кальцію" стосується частинок силікату кальцію, які не мають гранулометричних властивостей вищеописаних частинок UCS, зокрема, не мають розмірів d_{10} , d_{50} та/або d_{90} , а також питомої поверхні, як визначено для частинок UCS. Відповідно до одного варіанта здійснення, не-ультрадисперсні частинки силікату кальцію можуть мати вигляд подрібнених, грубо розмолотих та/або мікронізованих частинок силікату кальцію. У випадку частинок UCS, не-ультрадисперсні частинки силікату кальцію вибирають з частинок трикальційсилікату, частинок дикальційсилікату або будь-яких їх сумішей.

Відповідно до одного з варіантів здійснення, грубо розмолоті частинки силікату кальцію характеризуються розміром d_{10} в діапазоні від більше ніж 1,7 до 5 мкм, краще від більше ніж 1,7 до 3 мкм, ще краще близько 2,1 мкм. Відповідно до одного з варіантів здійснення, грубо розмолоті частинки силікату кальцію характеризуються розміром d_{50} в діапазоні від більше ніж 8 до 14 мкм, краще від більше ніж 8 до 13 мкм, ще краще близько 9,8 мкм. Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, грубо розмолоті частинки силікату кальцію характеризуються

розміром d_{90} в діапазоні від більше ніж 20 до 40 мкм, краще від 25 до 35 мкм, ще краще близько 28,0 мкм. Відповідно до одного варіанта здійснення, грубо розмолоті частинки силікату кальцію характеризуються розміром d_{10} близько 2,1 мкм, d_{50} близько 9,8 мкм та d_{90} близько 28,0 мкм.

Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, грубо розмолоті частинки силікату кальцію характеризуються розміром d_{10} 2,1 мкм, d_{50} 9,8 мкм та d_{90} 28,0 мкм. Відповідно до одного варіанта здійснення, грубо розмолоті частинки силікату кальцію характеризуються питомою поверхнею, виміряною методом БЕТ (метод Брунауера, Еммета та Теллера) в діапазоні від 0,3 до 1,2 м²/г, краще від 0,5 до 1,5 м²/г, ще краще близько 0,78 м²/г. Відповідно до одного варіанта здійснення, грубо розмолоті частинки силікату кальцію характеризуються розміром d_{10} 2,1 мкм, d_{50} 9,8 мкм та d_{90} 28,0 мкм, і питомою поверхнею, виміряною методом БЕТ, близько 0,78 м²/г.

Відповідно до одного варіанта здійснення, мікронізовані частинки силікату кальцію характеризуються розміром d_{10} в діапазоні від більше ніж 0,7 до 1,7 мкм, краще від більше ніж 0,7 до 1,0 мкм, ще краще близько 0,8 мкм. Відповідно до одного з варіантів здійснення, мікронізовані частинки силікату кальцію характеризуються розміром d_{50} в діапазоні від більше ніж 2,9 до 8 мкм, краще від більше ніж 3,0 до 5 мкм, ще краще близько 3,4 мкм. Відповідно до одного з варіантів здійснення, мікронізовані частинки силікату кальцію характеризуються розміром d_{90} в діапазоні від більше ніж 6,0 до 20 мкм, краще від більше ніж 6,0 до 10 мкм, ще краще близько 7,2 мкм. Відповідно до одного варіанта здійснення, мікронізовані частинки силікату кальцію характеризуються розміром d_{10} близько 0,8 мкм, d_{50} близько 3,4 мкм та d_{90} близько 7,2 мкм. Відповідно до одного варіанта здійснення, мікронізовані частинки силікату кальцію характеризуються питомою поверхнею, виміряною методом БЕТ (метод Брунауера, Еммета та Теллера) в діапазоні від 0,8 до 3 м²/г, краще від 0,8 мкм до 2 м²/г, ще краще близько 1,56 м²/г. Відповідно до одного варіанта здійснення, мікронізовані частинки силікату кальцію характеризуються розміром d_{10} 0,8 мкм, d_{50} 3,4 мкм та d_{90} 7,2 мкм, і питомою поверхнею, виміряною методом БЕТ, близько 1,56 м²/г.

В одному варіанті здійснення винаходу порошкова фаза складається з частинок UCS за винаходом.

В одному варіанті здійснення порошкова фаза за винаходом включає або складається із суміші частинок UCS за винаходом та не-ультрадисперсних частинок силікату кальцію, таких як, наприклад, подрібнені, грубо розмолоті та/або мікронізовані частинки силікату кальцію.

В одному варіанті здійснення порошкова фаза за винаходом включає частинки UCS за винаходом як джерело силікату кальцію.

В одному варіанті здійснення винаходу порошкова фаза включає суміш частинок UCS за винаходом та не-ультрадисперсних частинок силікату кальцію, таких як, наприклад, подрібнені, грубо розмолоті та/або мікронізовані частинки силікату кальцію.

Відповідно до одного варіанта здійснення, порошкова фаза включає частинки UCS в кількості від 10 до 100 % мас. від загальної ваги порошкової фази, краще 10-98 %, ще краще 15-60 %, ще краще 20-55 %.

Відповідно до одного варіанта здійснення, порошкова фаза включає суміш силікату кальцію в кількості від 10 % до 100 % мас. від загальної ваги порошкової фази; краще від 40 % до 100 %, від 50 % до 95 %, від 50 % до 85 %. Ця кількість суміші силікату кальцію відповідає загальній кількості силікату кальцію, присутнього в порошковій фазі, незалежно від розподілу частинок за розмірами.

Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, суміш силікату кальцію включає частинки UCS за винаходом і, необов'язково, частинки не-ультрадисперсного силікату кальцію. Відповідно до одного варіанта здійснення, суміш силікату кальцію включає від 10 % до 100 % мас. частинок UCS від загальної ваги суміші силікату кальцію; краще від 10 % до 100 %, від 10 % до 70 %, від 30 % до 70 %, від 30 % до 60 %, від 30 % до 50 %. В конкретному варіанті здійснення кількість частинок UCS становить близько 50% мас. від загальної ваги силікатів кальцію, присутніх в порошковій фазі.

Відповідно до одного варіанта здійснення, порошкова фаза включає частинки не-ультрадисперсного силікату кальцію в кількості від 0 % до 70 % мас. від загальної ваги порошкової фази. В одному варіанті здійснення порошкова фаза не включає частинки не-ультрадисперсного силікату кальцію. В іншому варіанті здійснення винаходу порошкова фаза включає частинки не-ультрадисперсного силікату кальцію в кількості від 10 % до 60 %, краще від 20 % до 50 %, ще краще від 25 до 45 %.

Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, суміш силікату кальцію, присутня в порошковій фазі, включає:

- від 10 % до 100 % ультрадисперсних частинок силікату кальцію за винаходом; і

Відповідно до одного з варіантів здійснення, порошкова фаза додатково включає домішки, такі як, наприклад, радіонепрозорі матеріали, прискорювачі схоплювання, пігменти, пластифікатори, текстуруючі агенти, стабілізатори рН, поверхнево-активні речовини, наповнювачі та їх суміші.

Відповідно до одного варіанта здійснення, радіонепрозорий матеріал вибирають з оксиду цирконію, оксиду вісмуту, оксиду церію, сульфату барію, тунгстату кальцію, діоксиду титанату, оксиду ітербію та їх сумішей. В конкретному варіанті здійснення винаходу радіонепрозорий матеріал є оксидом цирконію. Відповідно до одного варіанта здійснення, прискорювач схоплювання є карбонатом кальцію, оксидом кальцію, фосфатом кальцію, бікарбонатом натрію, лактатом кальцію, хлоридом кальцію або їх сумішами. Відповідно до одного варіанта здійснення, прискорювач схоплювання є карбонатом кальцію, оксидом кальцію або їх сумішами. Відповідно до одного варіанта здійснення, прискорювачем схоплювання є хлорид кальцію. Відповідно до одного з варіантів здійснення, пігменти можуть бути оксидами заліза. Відповідно до одного з варіантів здійснення, пластифікатор вибирають з гленіуму, полінафталінсульфонату, модифікованого полікарбоксилату. Відповідно до одного з варіантів здійснення, текстуруючі агенти можуть бути вибрані, наприклад, з кремнезему, повідону (також називаного полівінілпіролідом), целюлози або її похідних, таких як метилцелюлоза, гідроксипропілцелюлоза та гідроксіетилцелюлоза, полімерів, таких як співполімер акриламід/акрилоїлдиметилтаурату натрію, ізогексадекан та співполімер гідроксітилакрилату/акрилоїлдиметилтаурату натрію, мінеральних наповнювачів, колоїдального діоксиду кремнію (гідрофільного та/або гідрофобного), ксантанової камеді або їх сумішей. Відповідно до одного з варіантів здійснення, стабілізатор рН є мінеральною або органічною кислотою. Відповідно до одного варіанта здійснення, поверхнево-активна речовина є полісорбатом.

Відповідно до одного варіанта здійснення, порошкова фаза включає принаймні одну домішку, причому домішку краще вибирають з радіонепрозорих матеріалів, прискорювачів схоплювання, пігментів та текстуруючих агентів. Відповідно до одного варіанта здійснення, порошкова фаза включає одну чи більше домішок, вибраних з радіонепрозорих матеріалів (таких як оксид цирконію, оксид вісмуту, оксид церію, сульфат барію, тунгстат кальцію, діоксид титану, оксид ітербію або їх суміші), прискорювачів схоплювання (таких як карбонат кальцію, оксид кальцію, фосфат кальцію або їх суміші), пігментів (таких як оксиди заліза) та їх сумішей. Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, порошкова фаза включає принаймні одну домішку в кількості від 0% до 60% мас. від загальної ваги порошкової фази; краще від 2% до 50%; ще краще від 2% до 35%.

Відповідно до одного варіанта здійснення, порошкова фаза включає принаймні один радіонепрозорий матеріал, такий як, наприклад, оксид цирконію, оксид вісмуту, оксид церію, сульфат барію, тунгстат кальцію, діоксид титану, оксид ітербію та їх суміші. В конкретному варіанті здійснення порошкова фаза включає оксид цирконію.

Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, порошкова фаза включає від 0 до 40 % мас. радіонепрозорого матеріалу від загальної ваги зазначеної порошкової фази; краще від 2 до 35 %, від 5 до 35 %, ще краще 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34 або 35 %.

Відповідно до одного з варіантів здійснення, порошкова фаза включає принаймні один прискорювач схоплювання, такий як, наприклад, карбонат кальцію, оксид кальцію, фосфат кальцію та їх суміші. В конкретному варіанті здійснення порошкова фаза включає карбонат кальцію. В конкретному варіанті здійснення порошкова фаза включає карбонат кальцію та оксид кальцію.

Відповідно до одного варіанта здійснення, порошкова фаза включає прискорювач схоплювання, краще карбонат кальцію, і співвідношення між розміром d_{50} частинок UCS та розміром d_{50} частинок прискорювача схоплювання становить менше 10, краще має значення в діапазоні від 0,1 до 9, краще від 0,2 до 5, ще краще від 0,5 до 2.

Відповідно до одного варіанта здійснення, порошкова фаза включає від 0 до 25 % мас. прискорювача схоплювання від загальної ваги зазначеної порошкової фази; краще від 4 до 20 %, ще краще від 4 до 15%, найкраще 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19 або 20 %.

Відповідно до одного з варіантів здійснення, порошкова фаза включає принаймні один пігмент або суміш пігментів, таких як оксиди заліза. Фахівець в цій галузі техніки може вибрати придатні суміші пігментів таким чином, щоб композиція мала очікуваний колір.

Відповідно до одного варіанта здійснення, порошкова фаза включає

- від 15 % до 98 % мас. від загальної ваги порошкової фази ультрадисперсних частинок силікату кальцію, що мають розмір d_{50} в діапазоні від 0,7 мкм до 2,9 мкм і розмір d_{90} в діапазоні від 1,4 мкм до 6,0 мкм, причому розміри d_{50} та d_{90} вимірюють методом лазерної дифракції;

5 - від 2 % до 35 % мас. від загальної ваги порошкової фази радіопрозорого матеріалу; і
- необов'язково, одну чи декілька домішок, вибраних з прискорювачів схоплювання, пігментів, пластифікаторів, текстуруючих агентів, стабілізаторів рН, поверхнево-активних речовин та наповнювачів.

Відповідно до одного варіанта здійснення, порошкова фаза включає:

10 - від 15 % до 98 % мас. від загальної ваги порошкової фази ультрадисперсних частинок силікату кальцію, що мають розмір d_{50} в діапазоні від 1 мкм до 2,1 мкм і розмір d_{90} в діапазоні від 2 мкм до 5,0 мкм, причому розміри d_{50} та d_{90} вимірюють методом лазерної дифракції;

- від 2 % до 35 % мас. від загальної ваги порошкової фази радіопрозорого матеріалу; і

15 - необов'язково, одну чи декілька домішок, вибраних з прискорювачів схоплювання, пігментів, пластифікаторів, текстуруючих агентів, стабілізаторів рН, поверхнево-активних речовин та наповнювачів.

Відповідно до одного варіанта здійснення, порошкова фаза включає:

20 - від 15 % до 98 % мас. від загальної ваги порошкової фази ультрадисперсних частинок силікату кальцію, що мають розмір d_{10} в діапазоні від 0,5 мкм до 0,9 мкм, краще від 0,5 мкм до 0,82 мкм, або від 0,5 мкм до 0,8 мкм, ще краще від 0,5 мкм до 0,7 мкм; розмір d_{50} в діапазоні від 0,7 мкм до 2,9 мкм, краще від 0,8 мкм до 2,5 мкм, краще від 1 мкм до 2,1 мкм; і розмір d_{90} в діапазоні від 1,3 мкм до 7,0 мкм, краще від 1,5 мкм до 7 мкм, або від 2 мкм до 5 мкм; при цьому розміри d_{10} , d_{50} та d_{90} вимірюють методом лазерної дифракції;

- від 2 % до 35 % мас. від загальної ваги порошкової фази радіопрозорого матеріалу; і

25 - необов'язково, одну чи декілька домішок, вибраних з прискорювачів схоплювання, пігментів, пластифікаторів, текстуруючих агентів, стабілізаторів рН, поверхнево-активних речовин та наповнювачів.

Відповідно до одного варіанта здійснення, порошкова фаза включає:

30 - від 15 % до 98 % мас. від загальної ваги порошкової фази ультрадисперсних частинок трикальційсилікату (C3S), що мають розмір d_{50} в діапазоні від 0,7 мкм до 2,9 мкм, краще розмір d_{50} в діапазоні від 1 мкм до 2,1 мкм, та розмір d_{90} в діапазоні від 1,4 мкм до 6,0 мкм, краще розмір d_{90} в діапазоні від 2 мкм до 5 мкм, причому розміри d_{50} та d_{90} вимірюють методом лазерної дифракції;

- від 2 % до 35 % мас. від загальної ваги порошкової фази радіопрозорого матеріалу, краще оксиду цирконію; і

35 - необов'язково, одну чи декілька домішок, вибраних з прискорювачів схоплювання, пігментів, пластифікаторів, текстуруючих агентів, стабілізаторів рН, поверхнево-активних речовин та наповнювачів.

Відповідно до одного варіанта здійснення, порошкова фаза включає:

40 - від 15 % до 98 % мас. від загальної ваги порошкової фази ультрадисперсних частинок силікату кальцію, які мають;

- питому площу поверхні, виміряну методом БЕТ, в діапазоні від 3 до 11 м²/г;

- розмір d_{10} менше 0,7 мкм;

- розмір d_{50} в діапазоні від 0,7 мкм до 2,9 мкм; і

- розмір d_{90} в діапазоні від 1,4 мкм до 6,0 мкм;

45 причому розміри d_{10} , d_{50} та d_{90} вимірюють методом лазерної дифракції;

- від 2 % до 35 % мас. від загальної ваги порошкової фази радіопрозорого матеріалу, краще оксиду цирконію; і

50 - необов'язково, одну чи декілька домішок, вибраних з прискорювачів схоплювання, пігментів, пластифікаторів, текстуруючих агентів, стабілізаторів рН, поверхнево-активних речовин та наповнювачів.

Відповідно до одного варіанта здійснення, порошкова фаза включає:

55 - від 15 % до 98 % мас. від загальної ваги порошкової фази ультрадисперсних частинок силікату кальцію, які мають;

- питому площу поверхні, виміряну методом БЕТ, в діапазоні від 3 до 11 м²/г;

- розмір d_{10} в діапазоні від 0,5 мкм до 0,9 мкм;

- розмір d_{50} в діапазоні від 1 мкм до 2,1 мкм; і

- розмір d_{90} в діапазоні від 2 до 5 мкм;

причому розміри d_{10} , d_{50} та d_{90} вимірюють методом лазерної дифракції;

60 - від 2 % до 35 % мас. від загальної ваги порошкової фази радіопрозорого матеріалу, краще оксиду цирконію; і

- необов'язково, одну чи декілька домішок, вибраних з прискорювачів схоплювання, пігментів, пластифікаторів, текстуруючих агентів, стабілізаторів рН, поверхнево-активних речовин та наповнювачів.

Відповідно до одного варіанта здійснення, порошкова фаза включає:

5 - від 20 % до 60 % мас. від загальної ваги порошкової фази ультрадисперсних частинок трикальційсилікату, які мають:

- питому площу поверхні, виміряну методом БЕТ, в діапазоні від 3 до 11 м²/г;

- розмір d₁₀ менше 0,7 мкм, краще розмір d₁₀ в діапазоні від 0,5 мкм до 0,9 мкм;

10 - розмір d₅₀ в діапазоні від 0,7 мкм до 2,9 мкм, краще розмір d₅₀ в діапазоні від 1 мкм до 2,1 мкм; і

- розмір d₉₀ в діапазоні від 1,4 мкм до 6,0 мкм, краще розмір d₉₀ в діапазоні від 2 мкм до 5 мкм;

причому розміри d₁₀, d₅₀ та d₉₀ вимірюють методом лазерної дифракції;

15 - від 0 % до 50 % мас. від загальної ваги порошкової фази неультрадисперсних частинок силікату кальцію;

- від 2 % до 35 % мас. від загальної ваги порошкової фази радіонепрозорого матеріалу;

- від 0 % до 25 % мас. від загальної ваги порошкової фази одного чи декількох прискорювачів схоплювання, таких як карбонат кальцію, оксид кальцію та їх суміш.

Відповідно до одного варіанта здійснення, порошкова фаза включає:

20 - від 20 % до 60 % мас. від загальної ваги порошкової фази ультрадисперсних частинок трикальційсилікату, які мають:

- питому площу поверхні, виміряну методом БЕТ, в діапазоні від 3 до 11 м²/г;

- розмір d₁₀ в діапазоні від 0,5 мкм до 0,9 мкм, краще від 0,5 мкм до 0,82 мкм, ще краще від 0,5 мкм до 0,7 мкм;

25 - розмір d₅₀ в діапазоні від 0,7 мкм до 2,9 мкм, краще від 0,8 мкм до 2,5 мкм, краще від 1 мкм до 2,1 мкм; і

- розмір d₉₀ в діапазоні від 1,3 мкм до 7,0 мкм, краще в діапазоні від 1,5 мкм до 7 мкм, або в діапазоні від 2 мкм до 5 мкм;

при цьому розміри d₁₀, d₅₀ та d₉₀ вимірюють методом лазерної дифракції;

30 - від 0 % до 50 % мас. від загальної ваги порошкової фази неультрадисперсних частинок силікату кальцію;

- від 2 % до 35 % мас. від загальної ваги порошкової фази радіонепрозорого матеріалу;

- від 0 % до 25 % мас. від загальної ваги порошкової фази одного чи декількох прискорювачів схоплювання, таких як карбонат кальцію, оксид кальцію та їх суміш.

35 Рідка фаза

Як згадувалося вище, стоматологічний реставраційний матеріал за винаходом може бути одержаний в результаті змішування описаної вище порошкової фази силікату кальцію з водною рідкою фазою.

40 Відповідно до одного варіанта здійснення, водна рідка фаза включає воду, краще очищену воду.

Відповідно до одного варіанта здійснення, водна рідка фаза складається з води. В іншому варіанті здійснення водна рідка фаза є водним розчином.

45 Відповідно до одного варіанта здійснення, водна рідка фаза включає від 10 до 100 % мас. води від загальної ваги зазначеної водної рідкої фази, краще від 20 % до 90 %, краще від 30 % до 90 %, краще від 35 % до 85 %. Відповідно до одного варіанта здійснення, рідка фаза включає від 50 % до 90 % мас. води від загальної ваги зазначеної рідкої фази, краще від 60 % до 90 %, ще краще від 60 % до 85 %, ще краще від 65 % до 85 %.

50 Відповідно до одного варіанта здійснення, водна рідка фаза додатково включає домішки, такі як, наприклад, прискорювачі схоплювання, пластифікатори, текстуруючі агенти, стабілізатори рН, поверхнево-активні речовини, наповнювачі та їх суміші. Приклади таких домішок вказані вище для порошкової фази, і також є застосовними для домішок рідкої фази.

Відповідно до одного варіанта здійснення, водна рідка фаза включає принаймні одну домішку, причому домішку краще вибирають з прискорювачів схоплювання та пластифікаторів.

55 Відповідно до одного варіанта здійснення, водна рідка фаза включає одну чи більше домішок, вибраних з прискорювачів схоплювання (таких як хлорид кальцію), пластифікаторів (таких як модифікований полікарбосилат, гленіум, полінафталінсульфонат або їх суміші) та їх сумішей.

Відповідно до одного варіанта здійснення, рідка фаза включає принаймні одну домішку в кількості від 0 % до 40 % мас. від загальної ваги рідкої фази; краще від 10 % до 35 %; ще краще від 15 % до 35 %.

Відповідно до одного варіанта здійснення, рідка фаза включає принаймні один прискорювач схоплювання, краще хлорид кальцію. Відповідно до одного варіанта здійснення, рідка фаза включає або складається з води та хлориду кальцію. Відповідно до одного варіанта здійснення, рідка фаза включає від 1 % до 40 % мас. хлориду кальцію від загальної ваги рідкої фази; краще від 5 % до 35 %. В конкретному варіанті здійснення рідка фаза включає від 15 % до 35 % мас. хлориду кальцію від загальної ваги рідкої фази; краще від 20 % до 30 %. В іншому варіанті здійснення рідка фаза не включає прискорювач схоплювання, зокрема, рідка фаза не містить хлориду кальцію.

Відповідно до одного варіанта здійснення, рідка фаза включає принаймні один пластифікатор, такий як, наприклад, гленіум, полінафталінсульфонат або модифіковані полікарбоксилати. Відповідно до одного варіанта здійснення, рідка фаза включає або складається з води та пластифікатора (краще модифікованого полікарбоксилату). Відповідно до одного варіанта здійснення, рідка фаза включає від 0 % до 40 % мас. пластифікатора від загальної ваги рідкої фази; краще від 0,5 % до 35 %. В конкретному варіанті здійснення рідка фаза включає від 0 % до 5 % мас. пластифікатора від загальної ваги рідкої фази; краще від 0 % до 2 %.

Відповідно до одного варіанта здійснення, рідка фаза включає принаймні один прискорювач схоплювання та принаймні один пластифікатор. Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, рідка фаза складається з або включає воду, прискорювач схоплювання та пластифікатор; краще рідка фаза складається з або включає воду, хлорид кальцію та модифікований полікарбоксилат.

Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, водна рідка фаза включає:

- від 60 % до 85 % мас. води від загальної ваги водної рідкої фази;

- від 5 % до 35 % мас. від загальної ваги водної рідкої фази прискорювача схоплювання, краще хлориду кальцію; і

- від 0 % до 5 % мас. від загальної ваги водної рідкої фази пластифікатора, краще модифікованого полікарбоксилату.

Відповідно до одного варіанта здійснення, водна рідка фаза додатково включає неводну рідину. В одному варіанті здійснення неводну рідину вибирають з гліцерину, гліколей, силіконів або їх суміші; краще неводною рідиною є гліколь, такий як пропіленгліколь або поліетиленгліколь. Відповідно до одного варіанта здійснення, гліколеву сполуку вибирають з етиленгліколю, пропіленгліколю (або пропан-1,2-діолу), триметиленгліколю (або пропан-1,3-діолу), бутиленгліколю (або бутан-1,3-діолу), бутан-1,2-діолу, бутан-1,4-діолу, пентилгліколю (або пентан-1,5-діолу), пентан-1,2-діолу, пентан-1,3-діолу, пентан-1,4-діолу, дипропіленгліколю або поліетиленгліколю; краще гліколева сполука є етиленгліколем, пропіленгліколем, дипропіленгліколем або поліетиленгліколем. Відповідно до одного з варіантів здійснення, поліетиленгліколь має середню молекулярну масу M в діапазоні від 100 г/моль до 10000 г/моль, краще від 200 г/моль до 5000 г/моль; ще краще має значення близько 300 г/моль або близько 4000 г/моль. Відповідно до одного з варіантів здійснення, силікон вибирають з алкілсиліконів, ще краще, вибирають з метикону, диметилметикону, каприлїлметикону або їх співполімерів чи сумішей. Відповідно до одного варіанта здійснення, силікон вибраний з метикону, диметилметикону та каприлїлметикону.

Відповідно до одного варіанта здійснення, в рідкій фазі масове співвідношення води та неводної рідини становить від 50/50 до 80/20. Відповідно до одного варіанта здійснення, рідка фаза складається із суміші 50 % мас. води/50 % мас. неводної рідини. Відповідно до одного варіанта здійснення, рідка фаза складається із суміші 70 % води / 30 % неводної рідини. Відповідно до одного варіанта здійснення, рідка фаза складається із суміші 80 % води / 20 % неводної рідини. Відповідно до одного з варіантів здійснення винаходу, суміш вода/неводна рідина в рідкій фазі включає принаймні 10 %, 20 %, 30 %, 40 %, 50 %, 60 %, 70 %, 80 %, 90 % води. Відповідно до одного варіанта здійснення, рідка фаза включає від 10 до 100 % мас. суміші води та неводної рідини від загальної ваги зазначеної рідкої фази; краще від 50 до 90 %, краще від 65 до 85 %, краще від 65 до 75 %. Відповідно до одного варіанта здійснення, водна рідка фаза включає від 0 до 50 % мас. неводної рідини від загальної ваги зазначеної рідкої фази; краще від 0 до 45 %, краще від 10 до 45 %, краще від 10 до 20 %.

Відповідно до іншого варіанта здійснення, рідка фаза складається з або включає воду, неводну рідину, прискорювач схоплювання та пластифікатор; краще рідка фаза складається з або включає (i) воду, етиленгліколь, хлорид кальцію та модифікований полікарбоксилат; або (ii) воду, поліетиленгліколь, хлорид кальцію та модифікований полікарбоксилат.

Відповідно до одного варіанта здійснення, рідка фаза включає:

- від 35 % до 85 % води,

- від 0 до 45 % неводної рідини,
- від 5 % до 35 % прискорювача схоплювання,
- від 0 % до 35 % інших домішок, таких як пластифікатори; по масі від загальної ваги рідкої фази.

5 **Набір**

Даний винахід також стосується набору, придатного для виробництва стоматологічного реставраційного матеріалу за винаходом, причому набір включає порошкову фазу, що складається з частинок UCS, та водну рідку фазу, як описано вище.

10 В одному варіанті здійснення винаходу набір включає перший контейнер та другий контейнер. В одному варіанті здійснення винаходу перший контейнер містить тверду фазу, краще порошкову фазу, ще краще порошкову фазу, що містить частинки UCS, ще краще порошкову фазу, що містить частинки UCS, описані вище. В одному варіанті здійснення винаходу другий контейнер містить рідку фазу, краще водну рідку фазу, ще краще водну рідку фазу, описану вище.

15 Таким чином, відповідно до одного варіанта здійснення, набір за винаходом включає:

- перший контейнер, що містить тверду фазу, краще порошкову фазу, що містить частинки UCS, визначені вище; і
- другий контейнер, що містить рідку фазу, краще водну рідку фазу, ще краще водну рідку фазу, описану вище.

20 Все описані вище варіанти здійснення винаходу, що стосуються порошкової фази та водної рідкої фази, також є застосовними до порошкової фази та рідкої фази, присутніх в наборі за винаходом. Конкретні варіанти здійснення винаходу більш детально описані нижче.

Відповідно до одного варіанта здійснення винахід пропонує набір для виробництва стоматологічного реставраційного матеріалу, причому зазначений набір включає:

25 - перший контейнер, що містить порошкову фазу, яка включає:

- від 15 % до 98 % мас. від загальної ваги порошкової фази ультрадисперсних частинок силікату кальцію, що мають розмір d_{50} в діапазоні від 0,7 мкм до 2,9 мкм, краще від 0,8 мкм до 2,5 мкм, ще краще від 0,8 мкм до 2,1 мкм, та розмір d_{90} в діапазоні від 1,3 мкм до 7,0 мкм, краще від 1,4 мкм до 7 мкм, від 1,4 мкм до 6 мкм, або від 2 мкм до 5 мкм, при цьому розміри d_{50} та d_{90} вимірюють методом лазерної дифракції;

- від 2 % до 35 % мас. від загальної ваги порошкової фази радіонепрозорого матеріалу; і

- необов'язково, одну чи декілька домішок, вибраних з прискорювачів схоплювання, пігментів, пластифікаторів, текстуруючих агентів, стабілізаторів pH, поверхнево-активних речовин та наповнювачів; і

35 - другий контейнер, що містить водну рідку фазу;

- і при цьому вагове співвідношення порошкової фази, присутньої в наборі, до рідкої фази, присутньої в наборі, має значення в діапазоні від 1,9 до 5,5; краще від 2 до 5; краще від 2,5 до 4,0.

40 Відповідно до одного варіанта здійснення, силікат кальцію, присутній в порошковій фазі набору, вибирають з трикальційсилікату (C3S), дикальційсилікату (C2S) та будь-яких їх комбінацій; краще силікат кальцію є трикальційсилікатом.

Відповідно до одного варіанта здійснення, порошкова фаза набору включає портландцемент та/або мінеральні триоксидні агрегати (MTA).

45 Відповідно до одного варіанта здійснення, порошкова фаза набору додатково включає не-ультрадисперсні частинки силікату кальцію.

Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, кількість ультрадисперсних частинок силікату кальцію в порошковій фазі набору становить від 10 % до 100 % мас. від загальної ваги силікату кальцію, присутнього в порошковій фазі; краще від 10 % мас. до 70 % мас.; ще краще від 10 % мас. до 50 % мас.

50 Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, радіонепрозорий матеріал, присутній в порошковій фазі набору, вибирають з оксиду цирконію, оксиду вісмуту, оксиду церію, сульфату барію, тунгстату кальцію, діоксиду титану, оксиду ітербію та їх сумішей; краще радіонепрозорий матеріал є оксидом цирконію.

55 Відповідно до одного варіанта здійснення, порошкова фаза набору включає одну чи декілька домішок, причому домішку вибирають з прискорювачів схоплювання, таких як карбонат кальцію, оксид кальцію, фосфат кальцію та їх суміші; та пігментів, таких як оксиди заліза.

Відповідно до одного варіанта здійснення, порошкова фаза набору включає:

- від 20 % до 60 % мас. від загальної ваги порошкової фази ультрадисперсних частинок трикальційсилікату, які мають:

- 60 - питому площу поверхні, виміряну методом БЕТ, від 3 до 11 м²/г;

- розмір d_{10} менше 0,7 мкм;
 - розмір d_{50} в діапазоні від 0,7 мкм до 2,9 мкм;
 - розмір d_{90} в діапазоні від 1,4 мкм до 6,0 мкм;
- при цьому розміри d_{10} , d_{50} та d_{90} вимірюють методом лазерної дифракції;
- 5 - від 0 % до 50 % мас. від загальної ваги порошкової фази неультрадисперсних частинок силікату кальцію;
- від 2 % до 35 % мас. від загальної ваги порошкової фази радіонепрозорого матеріалу; і
 - від 0 % до 25 % мас. від загальної ваги порошкової фази одного чи декількох прискорювачів схоплювання, вибраних з карбонату кальцію, оксиду кальцію та їх суміші.
- 10 Відповідно до одного варіанта здійснення, порошкова фаза набору включає:
- від 20 % до 60 % мас. від загальної ваги порошкової фази ультрадисперсних частинок трикальційсилікату, які мають:
 - питому площу поверхні, виміряну методом БЕТ, в діапазоні від 3 до 11 м²/г;
 - розмір d_{10} в діапазоні від 0,5 мкм до 0,9 мкм, краще від 0,5 мкм до 0,82 мкм;
 - розмір d_{50} в діапазоні від 0,7 мкм до 2,9 мкм, краще від 1 мкм до 2,1 мкм; і
 - розмір d_{90} в діапазоні від 1,4 мкм до 6,0 мкм, краще від 2 мкм до 5 мкм;
 - при цьому розміри d_{10} , d_{50} та d_{90} вимірюють методом лазерної дифракції;
 - від 0 % до 50 % мас. від загальної ваги порошкової фази не-ультрадисперсних частинок силікату кальцію;
- 15 - від 2 % до 35 % мас. від загальної ваги порошкової фази радіонепрозорого матеріалу; і
- від 0 % до 25 % мас. від загальної ваги порошкової фази одного чи декількох прискорювачів схоплювання, вибраних з карбонату кальцію, оксиду кальцію та їх суміші.
- Відповідно до одного варіанта здійснення, водна рідка фаза, присутня в наборі, є водою.
- Відповідно до одного варіанта здійснення, водна рідка фаза, присутня в наборі, додатково
- 25 включає одну чи більше домішок, причому домішку вибирають з прискорювачів схоплювання, таких як хлорид кальцію; та пластифікаторів, таких як модифікований полікарбоксилат.
- Відповідно до одного варіанта здійснення, водна рідка фаза, присутня в наборі, включає:
- від 60 % до 85 % мас. води від загальної ваги водної рідкої фази;
 - від 5 % до 35 % мас. від загальної ваги водної рідкої фази прискорювача схоплювання,
- 30 краще хлориду кальцію; і
- від 0 % до 5 % мас. від загальної ваги водної рідкої фази пластифікатора, краще модифікованого полікарбоксилату.
- Композиція суміші
- Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, реставраційний матеріал за винаходом
- 35 утворюється в результаті отвердіння композиції, отриманої шляхом змішування описаних порошкової фази та водної рідкої фази.
- Відповідно до одного з варіантів здійснення, композиція, отримана в результаті змішування порошку та водної рідкої фази, як визначено вище, є кремоподібною (тобто є пастою, у якій компоненти однорідно перемішані один з одним, без будь-яких агрегатів). Відповідно до одного
- 40 з варіантів здійснення, кремоподібна текстура може бути визначена шляхом візуального спостереження. Відповідно до одного варіанта здійснення, композиція за винаходом є забарвленою, краще білою.
- Відповідно до одного варіанта здійснення, композиція за винаходом не включає жодного алюмінату, такого як алюмінат кальцію. Відповідно до одного з варіантів здійснення, композиція
- 45 за винаходом не включає жодного галогену або галогенованих сполук, таких як, наприклад, фторид. Відповідно до одного варіанта здійснення, композиція за винаходом не включає жодних фосфатів, таких як, наприклад, фосфат кальцію. Відповідно до одного варіанта здійснення, композиція за винаходом не включає жодних пористих сполук. Відповідно до одного з варіантів здійснення, композиція за винаходом не включає жодних пористих наповнювачів та/або
- 50 пористих волокон.
- Відповідно до одного варіанта здійснення, вагове співвідношення між порошковою фазою та водною рідкою фазою становить від 1,9 до 5,5, краще від 2 до 5, ще краще від 2,5 до 4,0. Вагове співвідношення між порошковою фазою та водною рідкою фазою підбирають таким чином, щоб
- 55 отримати придатні кремові властивості одержаної композиції. Вагове співвідношення між порошковою фазою та водною рідкою фазою також дозволяє контролювати міцність на стиснення затверділого реставраційного матеріалу. Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, вагове співвідношення між порошковою фазою та водною рідкою фазою становить від 2,4 до 4,0; краще становить 2,4, 2,5, 2,6, 2,7, 2,8, 2,9, 3,0, 3,1, 3,2, 3,3, 3,4, 3,5, 3,6, 3,7, 3,8, 3,9, 4,0.

Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, час схоплювання композиції, отриманої із суміші порошкової та водної рідкої фаз, має значення в діапазоні від більше ніж 0 хв до 1 год; краще від 1 хв до менш ніж 15 хв; ще краще від 1 хв до менш ніж 12 хв; ще краще від 1 хв до менш ніж 9 хв; ще краще від 1 хв до менш ніж 8 хв; і ще краще від 1 хв до менш ніж 7 хв.

Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, час схоплювання композиції за винаходом становить від 1 хв до 12 хв, краще від 4 хв до 9 хв.

Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, робочий час для композиції, отриманої із суміші порошку та водної рідкої фази, становить від більше ніж 0 хв до 10 хв; краще від 1 хв до менш ніж 5 хв; ще краще від 1 хв до 3 хв.

Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, композицію отримують в результаті змішування порошкової фази, яка включає або складається із суміші силікату кальцію, який включає від 10 % до 100 % ультрадисперсних частинок трикальційсилікату та від 0 % до 90 % мікронізованих, грубо розмолотих або подрібнених частинок силікату кальцію, краще від 10 % до 60 % ультрадисперсних частинок трикальційсилікату та від 40 % до 90 % мікронізованих, грубо розмолотих або подрібнених частинок силікату кальцію; з водною рідкою фазою, яка включає воду та хлорид кальцію. Відповідно до одного варіанта здійснення, композиція за винаходом, отримана із суміші порошкової фази, яка включає суміш силікату кальцію, що складається з від 10 % до 100 % ультрадисперсних частинок трикальційсилікату та від 0 % до 90 % мікронізованих, грубо розмолотих або подрібнених частинок силікату кальцію, краще від 10 % до 60 % ультрадисперсних частинок трикальційсилікату та від 40 % до 90 % мікронізованих, грубо розмолотих або подрібнених частинок силікату кальцію; з водною рідкою фазою, яка включає воду та хлорид кальцію, має час схоплювання від більше ніж 0 хв до 12 хв, краще від 1 хв до 9 хв, ще краще від 1 хв до менш ніж 8 хв; і ще краще від 1 хв до менш ніж 7 хв.

Безводна композиція преміксу

Винахід також пропонує безводну композицію преміксу як вихідну суміш, що дозволяє отримати стоматологічний реставраційний матеріал за винаходом. В одному варіанті здійснення винахід, таким чином, пропонує безводну композицію преміксу силікату кальцію, що містить частинки UCS.

В одному варіанті здійснення, попередньо змішану безводну композицію отримують в результаті змішування:

- порошкової фази, визначеної вище, яка містить ультрадисперсні частинки силікату кальцію, де порошкова фаза є безводною; і
- безводної рідкої фази, що складається з неводної рідини та не містить води.

Неводна преміксна паста може безпосередньо використовуватися для відновлення зубів і, таким чином, твердіє *in situ* при поміщенні в ротову порожнину пацієнта при контакті з фізіологічними рідинами, забезпечуючи тим самим отверділий матеріал. Альтернативно, преміксна паста, яка не містить води, може бути потім змішана з водною рідкою фазою або водною пастою. В цьому випадку змішування преміксної безводної пасти силікату кальцію з водною фазою (чи то у вигляді рідини, чи то у вигляді пасти) ініціює твердіння композиції та забезпечує утворення затверділого матеріалу. В одному варіанті здійснення водна фаза, змішувана з преміксною безводною пастою, включає воду та, необов'язково, домішки, такі як, наприклад, прискорювачі схоплювання або пластифікатори.

Всі описані вище варіанти здійснення винаходу, які стосуються фази порошку, також є застосовними до порошку, присутнього в преміксній безводній композиції.

Відповідно до одного варіанта здійснення, неводну рідину вибирають з гліцерину, гліколей, силіконів або їх суміші.

Відповідно до одного варіанта здійснення, гліколі вибирають з етиленгліколю, пропіленгліколю (або пропан-1,2-діолу), триметиленгліколю (або пропан-1,3-діолу), бутиленгліколю (або бутан-1,3-діолу), бутан-1,2-діолу, бутан-1,4-діолу, пентиленгліколю (або пентан-1,5-діолу), пентан-1,2-діолу, пентан-1,3-діолу, пентан-1,4-діолу, дипропіленгліколю або поліетиленгліколю; краще гліколева сполука є етиленгліколем, пропіленгліколем, дипропіленгліколем або поліетиленгліколем. Відповідно до одного з варіантів здійснення поліетиленгліколь має середню молекулярну масу M від 100 г/моль до 10000 г/моль, краще від 200 г/моль до 5000 г/моль; ще краще близько 300 г/моль або близько 4000 г/моль. Краще неводна рідина є гліколем, таким як, наприклад, пропіленгліколь або поліетиленгліколь.

Відповідно до одного з варіантів здійснення, силікони вибирають з алкілсиліконів, ще краще з метикону, диметилметикону, каприлїлметикону або їх співполімерів чи сумішей. Відповідно до одного варіанта здійснення, силікон вибраний з метикону, диметилметикону та каприлїлметикону.

Відповідно до одного з варіантів здійснення винаходу, премісна безводна паста включає від 10 до 50 %, краще від 20 до 50 %, краще від 30 до 50 %, краще від 40 до 50 %, краще 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45 або 50% мас. неводної рідини від загальної ваги зазначеної паста. Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, премісна безводна паста включає 20; 21; 22; 23; 24; 25; 26; 27; 28; 29; 30; 31; 32; 33, 34, 35; 36; 37; 38; 39; 40; 41; 42; 43; 44; 45; 46; 47; 48; 49 або 50% мас. неводної рідини від загальної ваги зазначеної паста.

Затверділий реставраційний матеріал на основі силікату кальцію

Даний винахід також стосується отверділого реставраційного матеріалу, краще стоматологічного реставраційного матеріалу, який отримують шляхом гідралічного твердіння композиції, що включає ультрадисперсні частинки силікату кальцію, як визначено вище. Твердіння відбувається за рахунок гідратації силікату кальцію, присутнього в композиції. Композиція може бути композицією, отриманою в результаті змішування порошкової фази, що включає ультрадисперсні частинки силікату кальцію, та водної рідкої фази, як описано вище; або, альтернативно, премісної безводної композиції, як описано вище.

Відповідно до одного варіанта здійснення, отверділий реставраційний матеріал має міцність на стиснення більше 10 МПа, краще, більше 50 МПа, більше 100 МПа, більше 120 МПа, більше 130 МПа, більше 140 МПа, ще краще більше 150 МПа. Краще, міцність на стиснення вимірюють за допомогою стендового приладу для стиснення, який краще створює зусилля 10 кН. Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, отверділий реставраційний матеріал має міцність на стиснення через 24 години більше 10 МПа, краще, більше 50 МПа, більше 100 МПа, більше 120 МПа, більше 130 МПа, більше 140 МПа, ще краще, більше 150 МПа. Відповідно до одного варіанта здійснення, отверділий реставраційний матеріал має міцність на стиснення в діапазоні від 160 МПа до 260 МПа. Відповідно до одного варіанта здійснення, міцність на стиснення отверділого реставраційного матеріалу становить близько 161 МПа, 174 МПа, 175 МПа, 181 МПа, 194 МПа, 243 МПа або 250 МПа.

Відповідно до одного варіанта здійснення винаходу, отверділий реставраційний матеріал має радіоопаківість в діапазоні від 1 до 15 мм, краще від 3 до 10 мм, ще краще від 4 до 9,5 мм алюмінію. В даному винаході радіоопаківість отверділого матеріалу відповідає стандартизації стоматологічних матеріалів, особливо специфікації NF EN ISO 6876.

Застосування

Відповідно до одного варіанта здійснення, композиції та набори за винаходом можуть бути використані в стоматології. Відповідно до одного з варіантів здійснення, композиції та набори за винаходом можуть також використовуватися в ортопедії, при відновленні кісток, в черепно-лицьовій та/або щелепно-лицьовій хірургії.

В одному варіанті здійснення композиції та набори за винаходом можуть бути використані для одержання матеріалу для лікування коронки зуба, наприклад, тимчасового відновлення емалі, постійного відновлення дентину, відновлення глибоких або великих каріозних уражень, відновлення глибоких цервікальних або радикулярних уражень, закупорки пульпи або пульпотомії.

В одному варіанті здійснення композиції та набори за винаходом також можуть бути використані для одержання матеріалу для лікування кореня зуба, наприклад, перфорації кореня та фуркації, внутрішньої/зовнішньої резорбції, апексифікації або ретроградного хірургічного пломбування.

В одному варіанті здійснення винахід стосується використання композицій та наборів за винаходом для лікування коронки зуба, наприклад, тимчасового відновлення емалі, відновлення постійного дентину, відновлення глибоких або великих каріозних уражень, відновлення глибоких цервікальних або радикулярних уражень, обтурації пульпи або пульпотомії; та/або кореня зуба, наприклад, перфорації кореня та фуркації, внутрішньої/зовнішньої резорбції, апексифікації або ретроградного хірургічного пломбування. В одному варіанті здійснення винахід стосується способу лікування коронки зуба, наприклад, тимчасового відновлення емалі, постійного відновлення дентину, відновлення глибоких або великих каріозних уражень, глибоких цервікальних або радикулярних уражень, пульпокаппированія або пульпотомії; та/або кореня зуба, наприклад, перфорації кореня та фуркації, внутрішньої/зовнішньої резорбції, апексифікації або ретроградного хірургічного пломбування у суб'єкта, що потребує цього, який включає використання композицій та наборів за винаходом.

Відповідно до одного варіанта здійснення, композиції та набори за винаходом можуть бути використані для лікування кісткового та/або стоматологічного розладу чи захворювання у суб'єкта, що потребує цього. Відповідно до одного варіанта здійснення, даний винахід стосується застосування композицій та наборів за винаходом для лікування кісткового та/або

стоматологічного розладу чи захворювання у суб'єкта, що потребує цього. Відповідно до одного варіанта здійснення, даний винахід стосується способу лікування кісткового та/або стоматологічного розладу чи захворювання у суб'єкта, що потребує цього, з використанням композицій та наборів за винаходом.

Відповідно до одного варіанта здійснення, композиції та набори за винаходом можуть бути використані для відновлення кісток або регенерації кісток. Відповідно до одного варіанта здійснення, даний винахід стосується застосування композицій та наборів за винаходом для відновлення кісток або регенерації кісток. Відповідно до одного варіанта здійснення, даний винахід стосується способу відновлення кісток або регенерації кісток з використанням композицій та наборів за винаходом.

Медичний виріб

Винахід також стосується медичного виробу, який містить композицію, що містить ультрадисперсні частинки силікату кальцію, як визначено вище.

В одному варіанті здійснення винаходу медичний виріб є ін'єкційною системою, краще шприцом, яка включає композицію, отриману змішуванням порошкової фази та водної рідкої фази, описаних вище. В одному варіанті здійснення винаходу медичний виріб є ін'єкційною системою, краще шприцом, яка включає описаний вище набір порошок-рідина.

В іншому варіанті здійснення медичний виріб є ін'єкційною системою, краще шприцом, яка включає безводну композицію преміксу, описану вище. В конкретному варіанті здійснення шприц є подвійним шприцом, один відділ якого містить безводну композицію преміксу, описану вище, а другий відділ містить водну фазу.

КОРОТКИЙ ОПИС КРЕСЛЕНЬ

На Фіг. 1 представлений набір мікрофотографій, що показують (А) грубо розмолоті частинки C3S та (В) ультрадисперсні частинки C3S.

На Фіг. 2 представлений набір гістограм, що показують час схоплювання для кожної суміші, отриманої шляхом змішування однієї з порошкових фаз, яка включає ультрадисперсні частинки C3S A1, A2, A5, A6, A1 або A10, або порівняльної порошкової фази, яка включає мікронізовані частинки C3S C1-3, C5, C6, C1 або C10, з рідкою фазою B1 bis.

На Фіг. 3 представлений набір гістограм, що показують час схоплювання для кожної суміші, отриманої шляхом змішування порошкової фази, яка включає ультрадисперсні частинки C3S A5 або порівняльної порошкової фази, яка включає мікронізовані частинки C3S C5, з рідкими фазами B1 bis, B4 або B4 bis.

На Фіг. 4 представлений набір гістограм, що показують міцність на стиснення для кожного зміцненого матеріалу, отриманого в Прикладі 6.

ПРИКЛАДИ

Даний винахід додатково ілюструється наступними прикладами.

Скорочення

C3S: трикальційсилікат;

CS: силікат кальцію;

г: грам(и);

МТА: мінеральний триоксидний агрегат;

м²/г: квадратний метр на грам;

хв: хвилина (хвилини);

мл: мілілітр(и);

мм: міліметр(и);

мкм: мікромметр(и);

співвідношення п/р: масове співвідношення порошкової фази до рідкої фази;

об/хв: обертів за хвилину;

UCS: ультрадисперсний силікат кальцію

UTCS: ультрадисперсний трикальційсилікат (частинки трикальційсилікату, який складається на 100 % з частинок ультрадисперсного C3S).

Матеріали та методи

Мікроскопія

Морфологію частинок силікату кальцію, таких як частинки C3S, спостерігали за допомогою мікроскопа Keyence® до та після процесу подрібнення. Щоб уникнути утворення агломератів під час аналізу, аналізований зразок поміщали на предметне скло з краплиною етанолу.

Розподіл за розмірами

Розподіл за розмірами частинок ультрадисперсного силікату кальцію, таких як частинки C3S, визначали за допомогою аналізатора розміру частинок Malvern® на основі лазерної дифракційної методики визначення розміру частинок. Зразок аналізованого порошку

диспергували в етанолі та озвучували для розділення агрегатів порошку. Потім декілька краплин суспензії вводять в резервуар аналізатора розмірів частинок, щоб вимірювальна комірка була заповнена на 2-10%. Резервуар перемішують при швидкості близько 2000 об/хв.

Питома поверхня: Метод БЕТ

Аналіз питомої площі поверхні проводили методом сорбтометрії з адсорбцією азоту на апараті GEMINI VII Micromeritics®. Аналіз проводили з 1 г порошку. Перед аналізом методом адсорбції азоту зразки попередньо дегазували протягом 3 годин при 250 °С.

Час схоплювання

Вимірювання часу схоплювання проводили за допомогою апарата Гілмора. Досліджуваний матеріал поміщали в форми діаметром 10 мм та товщиною 2 мм, а потім поміщали на водяну баню при температурі 37 °С. Схоплювання матеріалу оцінювали за допомогою голки Гілмора вагою 400 г. Матеріал вважається таким, що схопився, коли голка не залишає слідів на поверхні форми. Час схоплювання відповідає періоду часу між поміщенням форм на водяну баню та спостережуваним схоплюванням.

Міцність на стиснення

Вимірювання міцності на стиснення проводили за допомогою апарата для стиснення виробництва фірми MTS. Цемент повільно вводили в форму висотою 6 мм / діаметром 4 мм, перевіряючи відсутність бульбашок. Форми пімещают на водяну баню при температурі 37 °С на 15 хв. Потім зразки виймають з форм, поміщають в пробірку з очищеною водою та залишають на водяній бані на 24 години. Через 24 години зразки полірують з кожного боку та стискають за допомогою стенда для випробувань на стиснення MTS, прикладаючи зусилля 10 кН.

ЧАСТИНА I: ПРИГОТУВАННЯ ЧАСТИНОК УЛЬТРАДИСПЕРСНОГО ТРИКАЛЬЦІЙСИЛІКАТУ

Частинки C3S великого розміру були подрібнені для одержання ультрадисперсних частинок C3S з такими характеристиками:

питома площа в діапазоні від 3 до 11 м²/г;

розмір d₁₀ в діапазоні від 0,4 мкм до 0,82 мкм, краще від 0,4 мкм до 0,8 мкм;

розмір d₅₀ в діапазоні від 0,8 мкм до 2,1 мкм;

розмір d₉₀ в діапазоні від 1,4 мкм до 7,0 мкм.

В залежності від апарата, використовують різні процеси, описані далі в даному документі як необмежувальні приклади.

Приклад 1: Процес виробництва частинок ультрадисперсного трикальційсилікату (UTCS) шляхом механічного подрібнення

Приготування частинок UTCS здійснювали відповідно до загальної процедури, описаної нижче, за допомогою апарата EMAX® фірми RETSCH.

Матеріал

Подрібнені частинки C3S, використовувані в наведених нижче прикладах, були одержані шляхом подрібнення сирового C3S за допомогою дробарки Retch. Частинки C3S грубого помелу, використовувані в наведених нижче прикладах, були одержані шляхом подальшого подрібнення частинок C3S за допомогою вальцьової дробарки (Crusher Faure).

Загальна процедура

На першій стадії подрібнені або грубо розмолоті частинки C3S, змішані з ізопропанолом, поміщають в молольну камеру апарата. Потім до зазначеної суміші додають молольний бісер. В способі за винаходом молольний бісер може бути, наприклад, кульками з оксиду цирконію діаметром від 0,4 мм до 0,8 мм. По-друге, подрібнення проводять протягом 20-30 хв. Відповідно до даного винаходу, подрібнення може проводитися протягом більш тривалого періоду часу до одержання ультрадисперсних частинок, які мають розміри частинок, визначені вище. Зрештою, подрібнену суміш сушать та ізопропанол видаляють. Після просіювання одержують ультрадисперсний порошок частинок C3S.

Незалежно від використовуваного пристрою, спосіб за винаходом вимагає, щоб молольний бісер та молольна камера не були виготовлені з нержавіючої сталі. Краще, спосіб включає використання молольного бісеру та молольної камери, виготовлених з та/або покритих оксидом цирконію, карбідом вольфраму та/або карбідом кремнію.

Приклад 1а: Загальна процедура була проведена з 45 г грубо розмолотих частинок C3S, 30 мл ізопропанолу та 90 г молольного бісеру. Подрібнення за допомогою апарата EMAX® проводили при швидкості подрібнення близько 1900 об/хв протягом 20 хв. Сушку проводили при температурі близько 50 °С.

ЧАСТИНА II: ХАРАКТЕРИЗАЦІЯ УЛЬТРАДИСПЕРСНИХ ЧАСТИНОК C3S

Приклад 2: Характеризація ультрадисперсних частинок C3S (UTCS), отриманих в Прикладі 1а

Мікроскопія

Кінцевий порошок частинок C3S після ультрадисперсного подрібнення відповідно до процесу, описаного в Прикладі 1а, порівнювали за допомогою оптичної мікроскопії зі збільшенням з вихідними частинками C3S (грубо розмолотий C3S).

На Фіг. 1 показане значне зменшення розміру частинок для ультрадисперсних частинок C3S.

Розмір частинок

Розподіл за розмірами частинок C3S після ультрадисперсного подрібнення відповідно до процесу, описаного в Прикладі 1а, порівнювали з розподілом за розмірами мікронізованих частинок C3S, грубо розмолотих частинок C3S та подрібнених частинок C3S (Таблиця 1).

В Таблиці 1 наведені розміри d_{10} , d_{50} та d_{90} для кожного виду частинок C3S:

Таблиця 1

Зразок C3S	d_{10} (мкм)	d_{50} (мкм)	d_{90} (мкм)
Подрібнений	2,0	17,0	330
Грубо розмолотий	2,1	9,8	28,0
Мікронізований	0,8	3,4	7,2
Ультрадисперсний партія 1	0,6	1,5-2,1	1,4-6
Ультрадисперсний партія 2	0,534	0,85	1,75
Ультрадисперсний партія 3	0,535	0,853	1,58
Ультрадисперсний партія 4	0,504	0,795	1,50
Ультрадисперсний партія 5	0,534	0,85	1,75
Ультрадисперсний партія 6	0,536	0,858	1,66
Ультрадисперсний партія 7	0,568	0,857	1,51
Ультрадисперсний партія 8	0,626	1,03	2,02
Ультрадисперсний партія 9	0,564	0,893	1,63
Ультрадисперсний партія 10	0,61	0,993	1,95

Результати показують, що спосіб за винаходом сильно зменшує розподіл частинок за розмірами. Зокрема, ультрадисперсні частинки C3S мають розміри d_{10} , d_{50} та d_{90} більші, ніж подрібнені, грубо розмолоті та мікронізовані частинки C3S.

Питома поверхня $S_{\text{пит.}}$

Питома поверхня частинок C3S після ультрадисперсного подрібнення відповідно до процесу, описаного в Прикладі 1а, була порівняна з питомою поверхнею мікронізованих частинок C3S та грубо розмолотих частинок C3S (Таблиця 2). Питома поверхня була виміряна методом БЕТ, як описано вище.

В Таблиці 2 наведені конкретні поверхні для кожного виду частинок C3S:

Таблиця 2

Зразок C3S	$S_{\text{пит.}}$ ($\text{м}^2/\text{г}$)
Подрібнений	$0,5 \pm 0,01$
Грубо розмолотий	$0,78 \pm 0,03$
Мікронізований	$1,56 \pm 0,03$
Ультрадисперсний партія 1	$5,17-8,72 \pm 0,06$
Ультрадисперсний партія 7	10,2
Ультрадисперсний партія 8	7,2
Ультрадисперсний партія 9	9,1
Ультрадисперсний партія 10	6,5

Результати показують, що питома поверхня ультрадисперсних частинок C3S вище, ніж у грубо розмолотих частинок C3S та мікронізованих частинок.

ЧАСТИНА III: КОМПОЗИЦІЇ ЗА ВИНАХОДОМ

Приклад 3: Приготування стоматологічних композицій з різними розмірами частинок силікату кальцію

Порошкові фази А за винаходом та порівняльні порошкові фази С (тобто такі, що не містять ультрадисперсних частинок силікату кальцію), які мають склад, представлений в Таблиці 3, були приготовлені шляхом змішування компонентів порошку.

Рідкі фази В за винаходом, що мають склад, представлений в Таблиці 4, були приготовлені шляхом змішування компонентів з водою.

Потім були приготовлені змішані композиції шляхом змішування порошкової фази А з рідкою фазою В у співвідношенні порошкова фаза/рідка фаза (мас./мас.) в діапазоні від 1,5 до 6.

Таблиця 3

Порошкові фази А та порівняльні порошкові фази С

Категорія	Компонент	Кількість (% мас./мас.)			
		C1-3	A1	A2	A3
Сполуки кальцію силікатів	Ультрадисперсний C3S		80,7	40,35	24,2
	Мікронізований C3S	80,7			
	Грубо розмолотий C3S			40,35	
	Подрібнений C3S				56,5
Загальна кількість суміші CS		80,7	80,7	80,7	80,7
Прискорювачі схоплювання	Карбонат кальцію	14	14	14	14
	Оксид кальцію	0,25	0,25	0,25	0,25
	Фосфат кальцію				
Радіонепрозорі матеріали	Оксид цирконію	5	5	5	5
	Оксид вісмуту				
	Оксид церію				
Пігменти	Оксиди заліза	0,05	0,05	0,05	0,05

Категорія	Компонент	Кількість (% мас./мас.)				
		C5	C6	A4	A5	A6
Сполуки кальцію силікатів	Ультрадисперсний C3S			65	32,5	19,5
	Мікронізований C3S	65	65			
	Грубо розмолотий C3S				32,5	
	Подрібнений C3S					45,5
Загальна кількість суміші CS		65	65	65	65	65
Прискорювачі схоплювання	Карбонат кальцію	14	14	14	14	14
	Оксид кальцію					
	Фосфат кальцію					
Радіонепрозорі матеріали	Оксид цирконію	20	6	16	20	6
	Оксид вісмуту		6			6
	Оксид церію		6			6
Пігменти	Оксиди заліза	1	3	5	1	3

Категорія	Компонент	Кількість (% мас./мас.)				
		C7	A7	A7 bis	A8	A9
Сполуки силікатів кальцію	Ультрадисперсний C3S		50	50,67	27,5	17,4
	Мікронізований C3S	50				
	Грубо розмолотий C3S				27,5	
	Подрібнений C3S					40,6
Загальна кількість суміші CS		50	50	50,67	55	58
Прискорювачі схоплювання	Карбонат кальцію	14	14	14	10	14
	Оксид кальцію	3	3	0,25	3	6
	Фосфат кальцію	3	3		5	
Радіонепрозорі матеріали	Оксид цирконію	5	5	35	5	5
	Оксид вісмуту	10	10			7
	Оксид церію				8	5
Пігменти	Оксиди заліза	15	15	0,08	14	5

Категорія	Компонент	Кількість (% мас./мас.)			
		C10	A10	A11	A12
Сполуки силікатів кальцію	Ультрадисперсний C3S		91	46	27,9
	Мікронізований C3S	91			
	Грубо розмолотий C3S			46	
	Подрібнений C3S				65,1
Загальна кількість суміші CS		91	91	92	93
Прискорювачі схоплювання	Карбонат кальцію	9	9	8	1
	Оксид кальцію				
	Фосфат кальцію				
Радіонепрозорі матеріали	Оксид цирконію				
	Оксид вісмуту				
	Оксид церію				
Пігменти	Оксиди заліза				

Категорія	Компонент	Кількість (% мас./мас.)			
		A13	A14	A15	A16
Сполуки силікатів кальцію	Ультрадисперсний C3S	40	32,5	29,5	47,5
	Ультрадисперсний C2S	40	32,5	29,5	47,5
	Мікронізований C2S				
Загальна кількість суміші CS		80	65	59	95
Прискорювачі схоплювання	Карбонат кальцію	14	20	14	
	Оксид кальцію	0,25		2	
	Фосфат кальцію			3	
Радіонепрозорі матеріали	Оксид цирконію	5	10	5	
	Оксид вісмуту			3	5
	Оксид церію			9	
Пігменти	Оксиди заліза	0,75	5	5	

Категорія	Компонент	Кількість (% мас./мас.)			
		A17	A18	A19	A20
Сполуки силікатів кальцію	Ультрадисперсний C3S	40	32,5	29,5	47
	Ультрадисперсний C2S				
	Мікронізований C2S	40	32,5	29,5	47
Загальна кількість суміші CS		80	65	59	94
Прискорювачі схоплювання	Карбонат кальцію	14	9	14	6
	Оксид кальцію	0,25		5	
	Фосфат кальцію			1	
Радіонепрозорі матеріали	Оксид цирконію	5	25	5	
	Оксид вісмуту			8	
	Оксид церію			3	
Пігменти	Оксиди заліза	0,75	1	5	

Категорія	Компонент	Кількість (% мас./мас.)			
		A21	A22	A21	A24
Сполуки силікатів кальцію	Ультрадисперсний C3S	40	32,5	25	47,5
	Портландцемент	40	32,5	25	47,5
	МТА				
Загальна кількість суміші CS		80	65	50	95
Прискорювачі схоплювання	Карбонат кальцію	14	14	14	
	Оксид кальцію	0,25		3	
	Фосфат кальцію			3	
Радіонепрозорі матеріали	Оксид цирконію	5	6	5	
	Оксид вісмуту		6	10	5
	Оксид церію		6		
Пігменти	Оксиди заліза	0,75	3	15	

Категорія	Компонент	Кількість (% мас./мас.)			
		A25	A26	A27	A28
Сполуки силікатів кальцію	Ультрадисперсний C3S	40	32,5	25	47,5
	Портландцемент				
	МТА	40	32,5	25	47,5
Загальна кількість суміші CS		80	65	50	95
Прискорювачі схоплювання	Карбонат кальцію	14	14	14	
	Оксид кальцію	0,25		3	
	Фосфат кальцію			3	
Радіонепрозорі матеріали	Оксид цирконію	5	16	5	
	Оксид вісмуту			10	5
	Оксид церію				
Пігменти	Оксиди заліза	0,75	5	15	

Таблиця 4

Рідкі фази В

Категорія	Компонент	Кількість (% мас./мас.)						
		B1	B1 bis	B2	B3	B4	B4 bis	B5
Водна рідина	Вода	85	69	42,5	37,5	60	60	45,5
Неводні рідини	Етиленгліколь			42,5				19,5
	Поліетиленгліколь (M = 4000 г/моль)				37,5	15		
	Поліетиленгліколь (M = 300 г/моль)						15	
Загалом водна + неводна рідина		85	69	85	75	75	75	65
Прискорювач схоплювання	Хлорид кальцію	15	29	10	8	20	20	
Пластифікатори	Гленіум			5				
	Полінафталінсульфонат				5			
	Модифікований полікарбонат		2		12	5	5	35

ЧАСТИНА IV: ВЛАСТИВОСТІ КОМПОЗИЦІЙ ЗА ВИНАХОДОМ

Приклад 4: Порівняння часу схоплювання стоматологічних композицій, що включають ультрадисперсні частинки C3S, з композицією, що включає не-ультрадисперсні частинки C3S

Мета даного експерименту - оцінити поліпшення часу схоплювання самоствердних стоматологічних композицій, що включають ультрадисперсні частинки C3S, при збереженні гарних властивостей, таких як зовнішній вигляд та робочий час, у порівнянні з композиціями, що не містять ультрадисперсних частинок C3S, але містять замість них мікронізовані частинки C3S.

Деякі композиції за винаходом були приготовлені шляхом змішування однієї з порошкових фаз A1, A2, A5, A6, A7 або A10, описаних в Таблиці 3, з однією із рідких фаз B1 bis, B4 або B4 bis, описаних в Таблиці 4.

Для порівняння, композиції, які еквівалентні вищевказаній композиції, але містять тільки мікронізовані частинки C3S, були приготовлені шляхом змішування однієї з порошкових фаз C1-3, C5, C6, C7 або C10, описаних в Таблиці 3, з однією з рідких фаз B1 bis, B4 або B4 bis, описаних в Таблиці 4.

Співвідношення п/р

По-перше, були проведені експерименти для визначення придатних масових співвідношень порошкової фази та рідкої фази (співвідношення п/р) для кожної з композицій, щоб забезпечити однорідний кремоподібний вигляд при змішуванні порошкової фази з рідкою фазою. Зокрема, були протестовані різні пропорції порошкової фази та рідкої фази до одержання очікуваного кремоподібного вигляду.

Співвідношення, представлені в Таблиці 5, були визначені як придатні для забезпечення очікуваного зовнішнього вигляду та оброблюваності композиції.

Таблиця 5

	B1 bis	B4	B4 bis
C1-3	3,4	н.в.	н.в.
A1	2,7	н.в.	н.в.
A2	3,9	н.в.	н.в.
C5	3,4	4,6	5,1
A5	3,3	3,7	4,1
C6	3,4	4,6	5,3
A6	3,3	н.в.	н.в.
C7	2,8	4,2	5,1
A7	1,9	н.в.	н.в.
C10	3,2	4,1	н.в.
A10	2,3	н.в.	н.в.

н.в.: не визначено

Таким чином, адаптація співвідношення п/р дозволяє забезпечити придатну текстуру та залежить від складу порошку та рідкої фази, використовуваних для суміші.

5 Час схоплювання

Був виміряний час схоплювання композицій, отриманих шляхом змішування порошкових фаз А та рідких фаз В у визначених вище співвідношеннях. Результати наведені в Таблиці 6, а також представлені на Фіг. 2 та 3.

Таблиця 6

	B1 bis	B4	B4 bis
C1-3	12,0	н.в.	н.в.
A1	5,1	н.в.	н.в.
A2	4,4	н.в.	н.в.
C5	16,5	14,7	16,7
A5	5,8	7,1	6,9
C6	16,9	16,3	19,0
A6	9,4	н.в.	н.в.
C7	20,6	14,5	11,5
A7	10,6	н.в.	н.в.
C10	16,7	17,2	н.в.
A10	7,3	н.в.	н.в.

н.в.: не визначено

10

Як видно з наведених вище результатів та наглядно представлено на Фіг. 2 та 3, використання ультрадисперсних частинок силікату кальцію за винаходом дозволяє значно скоротити час схоплювання композицій у порівнянні з використанням тільки мікронізованих частинок силікату кальцію.

15

Зокрема, на Фіг. 2 показано, що використання рідкої фази B1 bis з різними порошковими фазами за винаходом (A1, A2, A5, A6, A7 та A10) у порівнянні з еквівалентними їм фазами, що включають тільки мікронізовані частинки силікату кальцію (C1-3, C5, C6, C7 та C10), дозволяє скоротити час схоплювання на від принаймні 44% (A6 у порівнянні з C6) до 65 % (A5 у порівнянні з C5), в середньому на близько 56 % для цих композицій.

20

На Фіг. 3 видно, що незалежно від використовуваної рідкої фази (B1 bis, B4 або B4 bis), скорочення часу схоплювання може бути досягнуто при використанні порошкової фази за винаходом (A5) у порівнянні з еквівалентною фазою, яка включає тільки мікронізовані частинки силікату кальцію (C5).

25

Приклад 5: Порівняння міцності на стиснення стоматологічних композицій, що включають ультрадисперсні частинки C3S, з композицією, що включає не-ультрадисперсні частинки C3S

Мета цього експерименту - оцінити зберігання міцності на стиснення самоствердних стоматологічних композицій, що включають ультрадисперсні частинки C3S, у порівнянні з композиціями, які не містять ультрадисперсних частинок C3S, але містять замість них мікронізовані частинки C3S.

5 Декілька композицій були приготовлені шляхом змішування порошкової фази A1 або A7 bis, описаних в Таблиці 3, з рідкою фазою B1 bis, описаною в Таблиці 4. Для порівняння використовували порошкову фазу C1-3, що містить мікронізовані частинки C3S замість ультрадисперсних частинок C3S.

10 Для одержання ультрадисперсних частинок C3S використовувались різні партії частинок C3S. Розподіл за розмірами частинок C3S, використовуваних в композиціях даного прикладу, детально представлений в Таблиці 7.

Таблиця 7

розміри d_{10} , d_{50} та d_{90} для партій частинок C3S, використовуваних в даному прикладі

Зразок C3S	d_{10} (мкм)	d_{50} (мкм)	d_{90} (мкм)
Грубо розмолотий	2,4	9,3	25
Мікронізований	0,8	3,4	7,2
Ультрадисперсний U1	0,5	1,04	2,05
Ультрадисперсний U2	0,72	1,29	2,47
Ультрадисперсний U3	0,76	1,50	3,12
Ультрадисперсний U4	0,82	1,93	4,55

15 Була виміряна міцність на стиснення затверділого матеріалу, і результати наведені в Таблиці 8, а також представлені на Фіг. 4.

Таблиця 8

Номер аналізу	Контроль	1	2	3	4	5	6
Порошкова фаза А	C1-3	A2	A2	A2	A2	A7 bis	A7 bis
Рідка фаза В	B1 bis	B1 bis	B1 bis	B1 bis	B1 bis	B1 bis	B1 bis
Співвідношення порошок/рідина	3,04	3,33	3,79	4,19	4,19	3,56	3,91
Партія ультрадисперсного C3S	\	U1	U2	U3	U4	U3	U4
Міцність на стиснення (МПа)	181,1	173,9	194,3	250,2	243,2	160,9	174,5

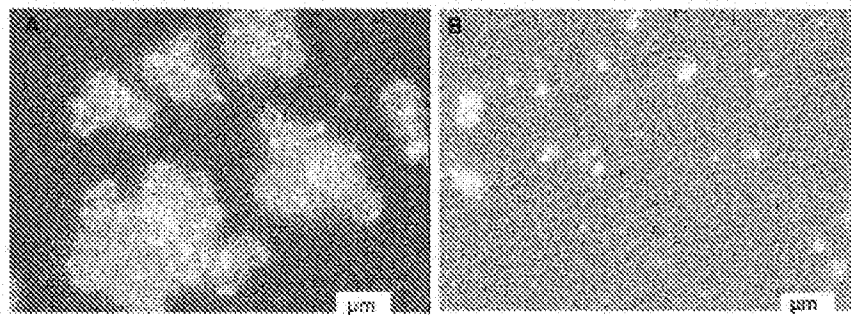
20 Як видно з наведених вище результатів та наглядно показано на Фіг. 4, використання ультрадисперсних частинок силікату кальцію за винаходом дозволяє зберігати або навіть збільшувати міцність на стиснення отверділого реставраційного матеріалу у порівнянні з матеріалами, отриманими з використанням мікронізованих частинок силікату кальцію.

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

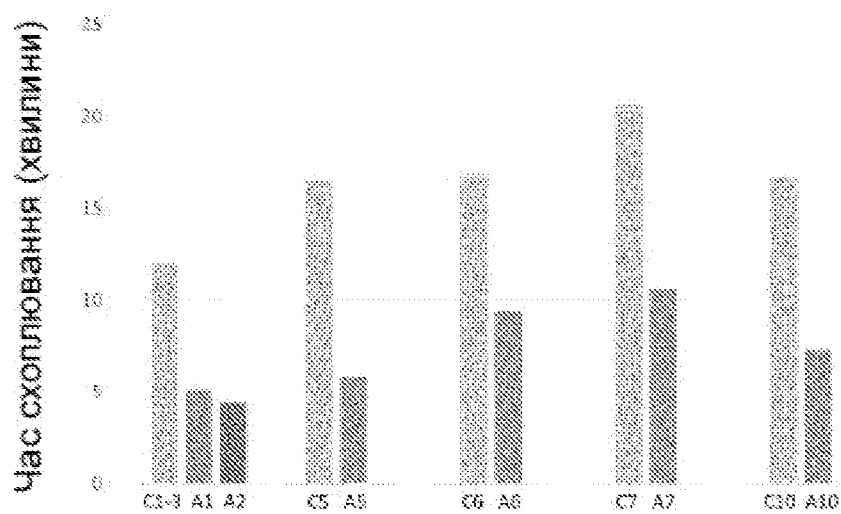
25 1. Набір для виготовлення стоматологічного реставраційного матеріалу, який включає: перший контейнер, що містить порошкову фазу, яка включає: від 15 до 98 % мас. від загальної маси порошкової фази ультрадисперсних частинок силікату кальцію, що мають розмір d_{10} в діапазоні від 0,4 до 0,8 мкм, розмір d_{50} в діапазоні від 0,7 до 2,9 мкм і розмір d_{90} в діапазоні від 1,3 до 7 мкм, причому розміри d_{10} , d_{50} та d_{90} вимірюють методом
30 лазерної дифракції; від 2 до 35 % мас. від загальної маси порошкової фази радіопрозорого матеріалу; і другий контейнер, що містить водну рідку фазу; і при цьому масове співвідношення порошкової фази, присутньої в наборі, і рідкої фази, присутньої в наборі, становить від 2 до 5.

35 2. Набір за п. 1, який **відрізняється** тим, що силікат кальцію вибирають з трикальційсилікату (C3S), дикальційсилікату (C2S) та будь-яких їх комбінацій; переважно силікат кальцію є трикальційсилікатом.

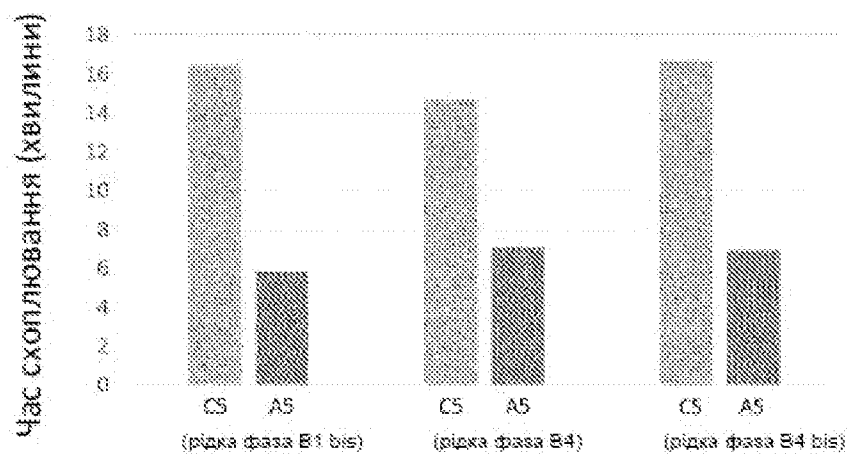
3. Набір за п. 1 або 2, який **відрізняється** тим, що порошкова фаза включає портландцемент та/або мінеральні триоксидні агрегати (МТА) у вигляді ультрадисперсних частинок силікату кальцію.
- 5 4. Набір за будь-яким з пп. 1-3, який **відрізняється** тим, що порошкова фаза додатково включає неультрадисперсні частинки силікату кальцію.
5. Набір за будь-яким з пп. 1-4, який **відрізняється** тим, що кількість ультрадисперсних частинок силікату кальцію становить від 10 до 100 % мас. від загальної маси силікату кальцію, присутнього в порошковій фазі, переважно від 10 до 70 % мас., більш переважно від 10 до 50 % мас.
- 10 6. Набір за будь-яким з пп. 1-5, який **відрізняється** тим, що радіонепрозорий матеріал вибирають з оксиду цирконію, оксиду вісмуту, оксиду церію, сульфату барію, тунгстату кальцію, діоксиду титану, оксиду ітербію та їх сумішей; переважно радіонепрозорий матеріал є оксидом цирконію.
- 15 7. Набір за будь-яким з пп. 1-6, який **відрізняється** тим, що порошкова фаза включає одну чи декілька домішок, причому домішку вибирають з прискорювачів схоплювання, таких як карбонат кальцію, оксид кальцію, фосфат кальцію та їх суміші; та пігментів, таких як оксиди заліза.
8. Набір за будь-яким з пп. 1-7, який **відрізняється** тим, що порошкова фаза включає:
 - від 20 до 60 % мас. від загальної маси порошкової фази ультрадисперсних частинок трикальційсилікату, що мають:
 - 20 питому площу поверхні, виміряну методом БЕТ, в діапазоні від 3 до 11 м²/г;
 - розмір d₁₀ в діапазоні від 0,4 до 0,8 мкм;
 - розмір d₅₀ в діапазоні від 0,7 до 2,9 мкм; і
 - розмір d₉₀ в діапазоні від 1,3 до 7 мкм;
 - причому розміри d₁₀, d₅₀ та d₉₀ вимірюють методом лазерної дифракції;
 - 25 - від 0 до 50 % мас. від загальної маси порошкової фази неультрадисперсних частинок силікату кальцію;
 - від 2 до 35 % мас. від загальної маси порошкової фази радіонепрозорого матеріалу; і
 - від 0 до 25 % мас. від загальної маси порошкової фази одного чи декількох прискорювачів схоплювання, таких як карбонат кальцію, оксид кальцію та їх суміш.
- 30 9. Набір за будь-яким з пп. 1-8, який **відрізняється** тим, що водна рідка фаза є водою.
10. Набір за п. 9, який **відрізняється** тим, що водна рідка фаза додатково включає одну чи більше домішок, причому домішку вибирають з прискорювачів схоплювання, наприклад хлориду кальцію, та пластифікаторів, наприклад модифікованого полікарбоксилату.
- 35 11. Набір за п. 10, який **відрізняється** тим, що водна рідка фаза включає:
 - від 60 до 85 % мас. води від загальної маси водної рідкої фази;
 - від 5 до 35 % мас. від загальної маси водної рідкої фази прискорювача схоплювання, переважно хлориду кальцію; і
 - від 0 до 5 % мас. від загальної маси водної рідкої фази пластифікатора, переважно модифікованого полікарбоксилату.
- 40 12. Набір за будь-яким з пп. 1-11, який **відрізняється** тим, що перший контейнер містить порошкову фазу, що додатково містить одну чи декілька домішок, вибраних з прискорювачів схоплювання, пігментів, пластифікаторів, текстуруючих агентів, стабілізаторів рН, поверхнево-активних речовин та наповнювачів.
13. Набір за будь-яким з пп. 1-12, який **відрізняється** тим, що масове співвідношення порошкової фази, присутньої в наборі, і рідкої фази, присутньої в наборі, становить від 2,5 до 4,0.
- 45 14. Стоматологічна композиція, отримана шляхом змішування усього вмісту першого контейнера з усім вмістом другого контейнера з набору за будь-яким з пп. 1-13.
15. Медичний виріб, який включає набір за будь-яким з пп. 1-13.
- 50 16. Медичний виріб за п. 15, який **відрізняється** тим, що медичний виріб є ін'єкційною системою, переважно шприцом.



Фиг. 1



Фиг. 2



Фиг. 3

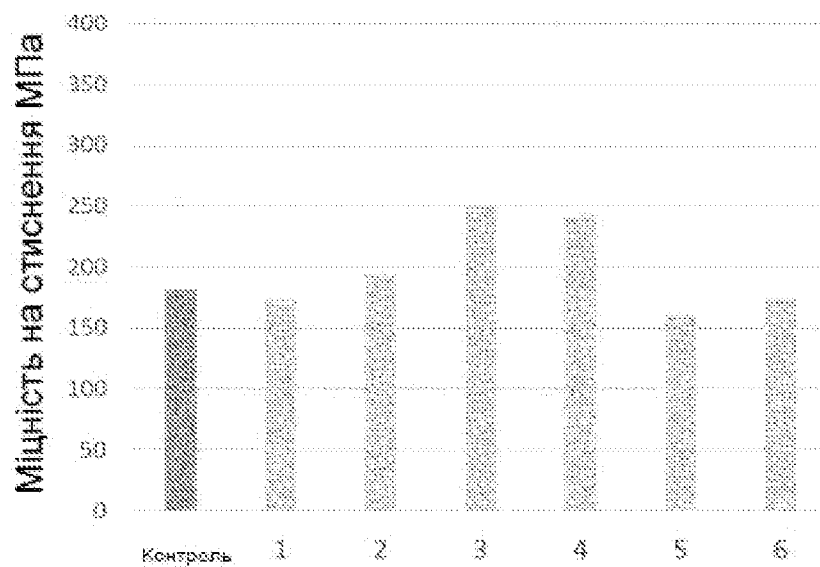


Fig. 4