



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 53224

(13) A

(51) 7 A61C5/08

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС

ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВИНАХІДВидається під
відповідальність
власника
патенту**(54) СПОСІБ ВИГОТОВЛЕННЯ НЕЗНІМНИХ БЕЗМЕТАЛЕВИХ КЕРАМІЧНИХ СТОМАТОЛОГІЧНИХ ПРОТЕЗІВ З ЗАСТОСУВАННЯМ НАПІВСУХОЇ ПРОКАТКИ КЕРАМІЧНИХ СУМІШЕЙ**

1

2

(21) 2002042811

(22) 08 04 2002

(24) 15 01 2003

(46) 15 01 2003, Бюл. № 1, 2003 р.

(72) Гогоці Георгій Антонович, Ярошевська
Вікторія Григорівна, Радченко Олександр Кузьмич(73) Гогоці Георгій Антонович, Ярошевська
Вікторія Григорівна, Радченко Олександр Кузьмич(57) 1 Спосіб виготовлення незнімних безметале-
вих керамічних стоматологічних протезів полягає втому, що заготовки, які вирізують зі стрічок, що
притискаються до моделей зубів, спікають і просо-
чують склом, який відрізняється тим, що ке-
рамічні стрічки виготовляють напівсухою прокат-
кою суміші керамічних порошків з термопластич-
ним зв'язуючим2 Спосіб по п. 1, який відрізняється тим, що мак-
симальне нормальне контактне напруження при
прокатці складає від 10 до 70 МПа

Винахід відноситься до області медичної ке-
раміки, зокрема, до способів одержання несущої
основи незнімних безметалевих керамічних сто-
матологічних протезів. Воно може бути використа-
не як для виготовлення коронок, так і для мосто-
видних протезів.

В даний час у світі більшість (до 80%) [D-J
Kim et al. Mechanical Properties of Tape-Cast Alu-
mina-Glass Dental Composites J. Am. Ceram. Soc.
1999, v. 82, N11, P 3167-72] незнімних стоматоло-
гічних протезів є металокерамічними. Ці протези
являють собою литу металеву основу (у широкому
вживанні звичайні сплави, а в кращих випадках -
золото, срібло, платина і палладій), що кріпляться
на кульях опорних зубів. На металеву поверхню
наносять лицевальне керамічне (порцелянове)
покриття. Також помітно, що на таку поверхню
можливе нанесення і пластикової покриття [Па-
тент України №24578, А61С 5/08 04.08.98 Спосіб
виготовлення суцільнолитого незнімного протезу].

Незнімні безметалеві керамічні стоматологічні
протези /all ceramics denture/ відносно відрізняються
від металокерамічних. Інтерес до них з'явився в
зв'язку з естетичними вимогами і бажанням ви-
ключити можливість біонесумісності матеріалів,
використовуваних у стоматології [D. W. Jones. De-
velopment of Dental Ceramics an Historical Perspec-
tive Dental Clin. North Am. 1985 N 4]. Принадність
заміни металу керамікою обумовлена тим, що во-
на може не тільки виконувати ті ж функції, але і
має багато важливих переваг [D-J Kim et al.

Mechanical Properties of Tape-Cast Alumina-Glass
Dental Composites J. Am. Ceram. Soc. 1999, v. 82,
N11]. Це біосумісність (повна інертність до живих
тканин, що виключає можливі алергічні реакції [A.
Oden et al. Five-year clinical evaluation of Procera All
Ceram crowns J. Prosthetic Dentistry 1998, v80, N
11]), висока стійкість до стирання, колірна стабіль-
ність і фарбування, що відповідає кольору кістко-
вої тканини, низька теплопровідність (подібна до
зубної тканини), напівпрозорість, украй важлива
для значного підвищення якості особливо протезів
верхніх фронтальних зубів, а також можливість
забезпечення високого ступеня відповідності роз-
мірів коронок і куль зубів, підготовлених до про-
тезування.

До переваг кераміки відноситься також те, що
по рентгенографічній контрастності вона може
бути близька до такої для дентину [D-J Kim et al.
Mechanical Properties of Tape-Cast Alumina-Glass
Dental Composites J. Am. Ceram. Soc. 1999, v. 82,
N11]. А це спрощує діагностування структури під-
тримуючих зубів, розташованих під нею. Не менш
важливо і те, що у випадку ударних навантажень
(наприклад, при автокатастрофі) металокераміч-
ний протез деформується (згинається) і від нього
можуть відриватися дрібні напівпрозорі осколки
порцеляни, що майже неможливо витягти зі сли-
зової оболонки. На відміну від цього безметаліч-
ний керамічний протез, усі складові якого практич-
но є такими, що однаково малодеформуються (як
кістки і зуби), зрушується на обмежену кількість

(13) A

(11) 53224

(19) UA

частин, що спрощує післяварійну операцію ротової порожнини. Також не можна забувати, що використовувана кераміка є пружною, а тому в ній у процесі експлуатації (вигини і стиски при жуванні), на відміну від металів чи пластиків, що непружно деформуються, не накопичуються мікроушкодження, що можуть бути причиною втомлювального руйнування протеза й істотного скорочення терміну його служби. Не менш важливо також те, що безметалева керамічне протезування, фактично, більш просте і дешеве, ніж металокерамічне.

Існує кілька способів виготовлення незнімних керамічних стоматологічних протезів. Відповідно до способу [A. Oden et al. Five-year clinical evaluation of Procera All Ceram crowns. J. Prosthetic Dentistry 1998, v. 80, N11] несуща основа незнімних керамічних стоматологічних протезів виготовляється пресуванням з чистого оксиду алюмінію у вигляді ковпачків, які стикають на тугоплавких моделях культь зубів при дуже високій температурі (1550°C). Необхідна точність виготовлення протеза забезпечується досить складною технологією CAD/CAM [K. B. May et al. Precision of fit The Procera All Ceram Crowns. J. Prosthetic Dentistry 1998, v. 80, N4], що включає в себе комп'ютерне моделювання і лазерне сканування. До недоліків даного способу можна віднести його складне апаратурне оформлення, високу температуру списання несущої основи стоматологічного протеза (необхідні спеціальні високотемпературні печі) і високу його вартість.

Відомий також спосіб виготовлення незнімного безметалевого керамічного стоматологічного протеза [USA Pat. N4772436 Int. d. A61C 5/10 Sept. 20 1988. Process for the fabrication of a dental prosthesis by slight solid phase fitting of a metal oxide based infrastructure], що полягає в тому, що його несуща основа виготовляється методом шликерного лиття, традиційно використовуваного, наприклад, виготовлявачами порцелянових виробів. При тоді на тугоплавку гіпсову модель культь зубів пензликом шар за шаром намазується суспензія оксиду алюмінію з технологічними вигоряючими добавками. Несуща основа протеза, сформована таким чином, спікається при температурах від 1050 до 1350°C з утворенням пористої кістякової структури. Потім вона покривається порошком спеціального скла, що проникає в її пори при наступному нагріванні до температури, що перевищує температуру плавлення цього скла. При цьому кераміка перетворюється в щільний і міцний скло-керамічний композит. Надлишок скла знищується з поверхні несущої основи протеза піскоструминною обробкою. Потім йдуть технологічні операції, зв'язані з нанесенням поверхневих порцелянових (керамічних) шарів і подібних до них, що мають місце при металокерамічному протезуванні. До недоліків цього способу відносяться тривалість необхідних ручних операцій і вимога дуже високої кваліфікації техника, ще виготовляє несущу керамічну основу протеза, а так само те, що неоднорідно шарувата структура одержуваної композиційної склокераміки не виключає наявності в ній важко контрольованих тріщин.

Найбільш близьким по технічній сутності до способу, що заявляється, є спосіб виготовлення

незмінних безметалевих керамічних стоматологічних протезів [USA, Pat. N5776382 Int. Cl. A61C 10/00 Jul. 7 1998. Fabrication method for ceramic core of a dental prosthesis], що полягає в наступному:

1. Виготовлення шликера змішуванням оксиду металу (Al_2O_3 , шпінель, чи суміш порошків Al_2O_3 і ZrO_2) з іншими компонентами, узятими в масових відсотках від маси порошку оксиду металу дисперсанти (0,5-2,0%), розчинник (30-90%), зв'язуючий агент (5-12%) і пластифікатор (7-17%),

2. Видалення газової фази зі шликера,

3. Формування шликера в керамічний лист товщиною 0,1-1,0 мм методом стрічкового лиття (чи стиску роликом),

4. Вирізка з листа заготовки, наприклад, для виготовлення ковпачка коронки, розташування її на гіпсовій тугоплавкій моделі зуба і її попереднє підсушування при 100-200°C в подовж 10 хвилин,

5. Притиснення заготовки до гіпсової моделі за допомогою гідростатичного тиску від 1,5 до 15 МПа в подовж 5-15 хвилин при температурі від 50-100°C,

6. Спикання ковпачка протеза при 1100-1350°C і зняття його з нього гіпсової моделі, нанесення порошку скла і наступне високотемпературне протиснення склою також як це має місце при реалізації попереднього способу виготовлення безметалевого протеза.

У результаті виходить незнімний безметалевий керамічний стоматологічний протез (ковпачок) з однаковою товщиною стінки і спрощується процес його виготовлення. Аналогічно з таких же листів виготовляються мостовидні протези.

До недоліків цього способу можна віднести обмежену міцність спеченого протеза, зв'язану з неможливістю регулювання у відлитій зі шликера стрічці відстані між сусідніми частками, що відповідає за міцність зв'язку цих часток. Невисока міцність цього ковпачка утрудняє наступну роботу з ним (зняття з моделі зуба, нанесення скла і т.п.) і може призвести до псування одержуваної коронки. Суттєву складність представляє підготовка шликера і підтримка незмінними його властивостей. Для створення гомогенної суспензії керамічних часток у шликер вводять дисперсанти з групи, етилцелюлоза, акрилова кислота й ін. Для підтримки необхідного рівня рідкотекучості витримують певне значення pH, додаючи, наприклад, лимонну кислоту. Відповідальним і тривалом є процес сушіння відлитої стрічки, і чим товстіше стрічка тим довше вона сохне, і тим більше ймовірність утворення в ній дефектів при сушінні (усадочних тріщин, короблення й інших). При одержанні стрічки, як правило, операції її формування і сушіння поєднуються в один технологічний ланцюжок, в якому лімітуючою ланкою є сушіння.

Суть пропонованого винаходу "Спосіб виготовлення незнімних безметалевих керамічних стоматологічних протезів із застосуванням напівсухої прокатки керамічних сумішей" полягає в тому, що замість операцій виготовлення шликера, видалення газової фази і формування шликера в керамічний лист, на відміну від прототипу, застосовуються операції готування напівсухої керамічної суміші і наступної її прокатки при максимальних нормаль-

них контактних напруженнях від 10 до 70 МПа (інакше кажучи здійснюється процес напівсухої прокатки). Основною задачею цього винаходу є підвищення якості несущої основи протеза і його здешевлення, а також прискорення процесу його виготовлення в зубопротезній лабораторії.

Технічний результат, що досягається винаходом, полягає в підвищенні міцності спеченої несущої основи стоматологічного протеза, зменшенні часу, затрачуваного на одержання керамічних листів і зменшенні вартості протеза. Крім того, при використанні способу, що заявляється, зменшується кількість інгредієнтів (звичайно називаються тимчасовим технологічним зв'язуючим «ТТЗ»), застосовуваних при виготовленні сирих керамічних заготовок, що перед спіканням (чи під час його) видаляється, забруднюючи навколишнє середовище.

Підвищення міцності підпеченої несущої основи стоматологічного протеза досягається за рахунок зменшення (оптимізації) відстані між керамічними частками при напівсухій прокатці керамічної суміші в стрічку. Відстань між частками в стрічці залежить від кількості ТТЗ, від величини максимального нормального контактного напруження, створюваного в зоні деформації валками як обертаються назустріч один одному, від швидкості прокатки. При максимальному нормальному контактному напруженні меншому 10 МПа напівсуха суміш практично не ущільнюється і її деформація йде лише за рахунок витяжки (тобто зменшується товщина стрічки і майже не відбувається ущільнення), а при максимальних нормальних контактних напруженнях більших за 70 МПа ущільнення настільки сильне, що ТТЗ видавлюється в об'єм подаваної напівсухої керамічної суміші, вона робиться більш рідкою і процес прокачки припиняється. Швидкість прокатки складає кілька метрів у хвилину, тобто значно вище швидкості одержання стрічки згідно прототипу. Причому чим більше максимальне нормальне контактне напруження і чим більше швидкість прокатки, тим менше товщина стрічки, більше її обтиснення і тим менше відстань між частками в прокатаній стрічці. Однак, зі збільшенням максимального нормального контактного напруження і ростом величини ущільнення стрічки зайве ТТЗ видавлюється на валки, приводячи до прилипання стрічки до валків, і потрапляючи в подавану напівсуху керамічну масу, робить її рідкою. Тому максимальне нормальне контактне напруження має оптимум. Наприклад, при швидкості прокатки 1,5 м/хв оптимальним є максимальне нормальне контактне напруження 35 МПа.

Зменшення часу, затрачуваного на одержання керамічних заготовок (листів) досягається за рахунок виключення операції сушіння прокатої стрічки, що лімітує швидкість одержання такої стрічки в прототипі.

Зменшення кінцевої вартості протеза також досягається за рахунок поділу операцій виготовлення заготовок (виконуються в спеціалізованій прокатній лабораторії в масовій кількості) і операцій виготовлення стоматологічних протезів.

Зменшення кількості інгредієнтів, застосованих при виготовленні сирих керамічних заготовок по запропонованому способу, досягається за рахунок

замши шликера на напівсуху суміш. Так, кількість розчинника (етанол, етилметилкетон і інші речовини з групи кетонів) зменшується на 16-78%, зв'язуючого (полівінілбутираль) - на 30-78%, пластифікатора (групи фталатів, гліколей, фосфатів, - на 46-77%, а дисперсант (поліестер, поліамід, фосфорнокислий складний ефір) взагалі виключається з уживання. Це призводить і до зменшення забруднення навколишнього середовища.

Відповідно до запропонованого винаходу

1 Керамічні порошки оксиду металу (Al_2O_3 , $Al_2O_3 + ZrO_2$, а також шпінель і мут) змішують з іншими компонентами (узятими в масових відсотках від маси порошку оксиду металу) розчинником - від 10 до 25%, зв'язуючим агентом - від 2 до 5% і пластифікатором - від 1 до 4% у футерованому корундом кульовому млині з корундовими розмельними тилами, або на рольгангу в поліетиленовому барабані з розмельними тилами з Al_2O_3 .

2 Напівсуху суміш прокатують у валках прокатного стану, з горизонтальним або похилим розташуванням валків [А. К. Радченко, О. А. Катрус, Формуемость и прочность проката из порошков // Порошковая металлургия 1987, №1] в умовах регульованого обтиснення, одержуючи при цьому керамічні стрічки заданої товщини (150-700 мкм). Подачу напівсухої суміші у валки, як правило, здійснюють під невеликим тиском, прикладеним до суміші завантаженої в бункер, що подає, або використовують вакуумний прес, традиційно застосовуваний у керамічній технології [М. Е. Дроздов, Механическое оборудование керамического производства М. Машиностроение, 1970].

3 Керамічні стрічки розрізають на шматки (листи), прокладаючи знизу і зверху юнку поліетиленову плівку. На цьому етапі виготовлення заготовок, що поставляються в стоматологічну зубопротезну лабораторію, закінчується.

4 У стоматологічній зубопротезній лабораторії відокремлюють необхідну частину заготовки, видаляють поліетиленову плівку, накладають на попередньо отриману гіпсову тупоплавку модель культи зуба, акуратно припасовуючи, формуючи несущу основу протеза, і видаляють зайву частину листа. Модель з нанесеною на неї керамікою поміщають у мішечок з тонкої гуми, завантажують у гідроциліндр, що підігрівається, і з'єднаний з масляним насосом, що дозволяє розвивати тиск масла до 10 атм. Несущу основу протеза, що знаходиться на гіпсовій моделі, спікають при температурі 1100-1300°C (режим спікання залежить від розміру часток порошку оксидів металу, його складу і відстані між частками порошку в стрічці). Далі на спечений протез наносять порошок скла і при нагріванні до 1200°C відбувається перетворення матеріалу основи протеза обмежено міцна кераміка стає міцною склокерамікою за рахунок проникнення в її пори скла. Наступні технологічні операції також подібні до тих, що є у прототипі. На прикладених фотографіях 1-8 показані основні етапи виготовлення безметалевого керамічного незнімного протеза після одержання керамічних лист-заготовок відповідно до заявляемого способу.

Приклад

До 80 г порошку Al_2O_3 марки Premalox 12 аме-

риканської фірми "Alcoa" (розмір часток 10мкм) і 20г порошку ZrO_2 (виробництво Донецького заводу хімічних реактивів, ТУ 6-09-2484-77, розмір часток 0,6мкм) додавали 23г розчинника (етанол) і усе змішували протягом 20 годин за допомогою корундових розмельних тіл, використовували кульовий млин, футерований корундом. Потім додавали 4,5г зв'язуючого агента (полівінілбутираль клейовий марки КБ, ГОСТ 223Р-72) і 3,5г пластифікатора (дибутилфталат) і змішували протягом 6 годин. Отриману напівсуху суміш прокатували у валках прокатного стану марки ІМ-1 (Україна) при лінійній швидкості прокатки 3м/хв. Максимальне нормальне контактане напруження при прокатці складало 15Мпа (розраховували по зусиллю прокатки, використовували відому методику [Прокатка металіческих порошков Виноградов Г.А., Семенов Ю.Н., Катрус О.А., Кагашинский В.П. М. Металлургия, 1989 С119-122]. Щільність отриманої стрічки складала 78%, її товщина була 0,5мм а ширина - 65мм. Подачу напівсухої суміші у валки здійснюва-

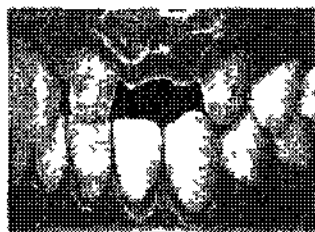


Рис. 1. Препарування зубів

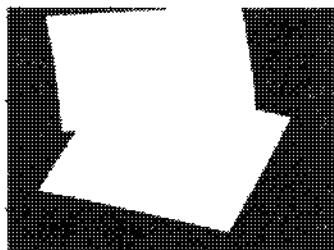


Рис. 3. Заготовки (керамічні) пластинки 10х10х0,5 мм

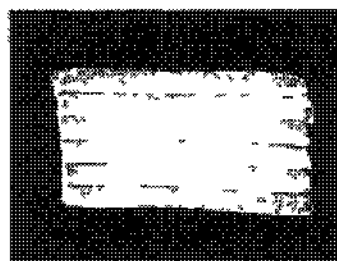


Рис. 5. Пакет пластинок рис. 4 деформований на моделі рис. 2 при всесторонньому дванадцятикратному сжатті

ли за допомогою вакуумного преса фірми "КЕМА" (Німеччина). Прокатані стрічки розрізали на шматки. Отримані в такий спосіб заготовки розміром 60х120мм прокладали зверху і знизу тонкою поліетиленовою плівкою. У стоматологічній зубопротезній лабораторії відрізали необхідну частину заготовки, знімали поліетиленові плівки і накладали на попередньо отриману гіпсову тугоплавку модель купьти зуба, акуратно припасовуючи заготовку до моделі, формуючи в такий спосіб несущу основу протеза. Після цього модель з нанесеною на неї керамікою поміщали в мішечок з тонкої гуми, завантажували в гідроциліндр і прикладали тиск, піднімаючи при цьому температуру до 90°C. Отриманий у такий спосіб ковпачок коронки з внутрішньою поверхню, що відповідає зовнішній поверхні моделі купьти зуба, списали при температурі 1250°C. Після цього його знімали з моделі і просочували пантаноборосікатним склом при температурі 1150°C, а потім при піскоструминній обробці видаляли з його поверхні зайве скло.



Рис. 2. Модель зубів из высокотемпературного гипса



4. Пакет пластинок рис. 3

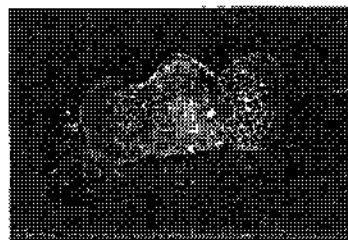


Рис. 6. Керамическая основа протеза, после спекания пакета рис. 5 и его пропитки стеклом

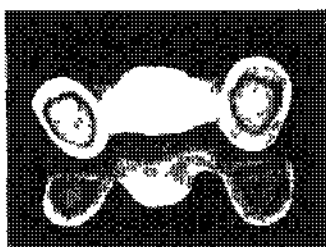


Рис. 7. Керамическая основа протеза рис. 6 после пескоструйной обработки и заглазки



Рис. 8. Керамическая основа протеза рис. 7 с нанесенным на нее фарфором