



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0037412

(51)^{2006.01} A61K 6/06

(13) B

(21) 1-2020-06752

(22) 08/05/2019

(86) PCT/JP2019/018351 08/05/2019

(87) WO 2019/230309 A1 05/12/2019

(30) 2018-103396 30/05/2018 JP

(45) 27/11/2023 428

(43) 25/02/2021 395

(73) GC Corporation (JP)

584-1, Nakahinata, Oyama-cho, Sunto-gun, Shizuoka 410-1307, Japan

(72) Ryosuke YOSHIMITSU (JP); Yusuke SHIMADA (JP); Ayaka FUJIMOTO (JP);
Naofumi MATSUMOTO (JP); Mizuki NAKAYAMA (JP).

(74) Công ty TNHH Lê & Lê (LE & LE)

(54) BỘT THỦY TINH FLOALUMINOSILICAT DÙNG TRONG NHA KHOA VÀ XI
MĂNG IONOME THỦY TINH CHỨA BỘT THỦY TINH
FLOALUMINOSILICAT DÙNG TRONG NHA KHOA

(57) Sáng chế đề cập đến bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa, đường kính thể tích phân vị thứ 50 của nó bằng 5,0 μm hoặc lớn hơn và 9,0 μm hoặc nhỏ hơn, và đường kính thể tích phân vị thứ 10 của nó bằng 2,4 μm hoặc lớn hơn.

Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến xi măng ionome thủy tinh chứa bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa và xi măng ionome thủy tinh.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Xi măng ionome thủy tinh có các đặc tính tuyệt vời, ví dụ, tính tương hợp sinh học cực kỳ thuận lợi, đặc tính thẩm mỹ tuyệt vời của sản phẩm đóng rắn bán trong suốt, độ bám dính tuyệt vời vào nền rang chẳng hạn như men và nhựa thông, và có tác dụng chống dị ứng bởi florua. Do đó, xi măng ionome thủy tinh được sử dụng rộng rãi trong nha khoa, ví dụ để trám các lỗ sâu răng, để gắn mão răng, lớp phủ, cầu và dải chỉnh hình, cho các lớp lót lỗ hồng, chất hàn để làm đầy ống tủy, xây dựng cốt lõi, chất trám khe nứt, và các loại tương tự.

Xi măng thủy tinh ionome thường có dung dịch nước của polyme trên cơ sở axit polycarboxylic và bột thủy tinh floaluminosilicat (ví dụ, tham khảo Tài liệu patent 1).

Ở đây, khu dung dịch nước của polyme trên cơ sở axit polycarboxylic và bột thủy tinh floaluminosilicat được trộn lẫn, ion nhôm (Al^{3+}) được giải phóng ra khỏi bột thủy tinh floaluminosilicat và bazơ liên hợp của polyme trên cơ sở axit polycarboxylic được liên kết ion và được lưu hóa bởi phản ứng axit-bazơ của bột thủy tinh floaluminosilicat và polyme trên cơ sở axit polycarboxylic.

Các tài liệu kỹ thuật có liên quan

Các tài liệu patent

Tài liệu patent 1: Công bố đơn quốc tế số WO2016/002600

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Các vấn đề được giải quyết bởi sáng chế

Nói chung, cường độ nén của sản phẩm hóa cứng bằng xi măng ionome thủy tinh được mong muốn cải thiện. Để đạt được mục đích này, bột thủy tinh floaluminosilicat có kích thước hạt nhỏ được xem xét đưa vào sử dụng.

Tuy nhiên, khi bột thủy tinh floaluminosilicat có kích thước hạt nhỏ được sử dụng, vấn đề nảy sinh là thời gian kể từ khi bắt đầu trộn bột thủy tinh floaluminosilicat với dung dịch nước của polyme trên cơ sở axit polycarboxylic để hóa cứng chúng, tức là, thời gian làm việc của xi măng ionome thủy tinh, trở nên ngắn hơn.

Một khía cạnh của sáng chế có mục đích cung cấp bột thủy tinh floaluminosilicat dung trong nha khoa có khả năng kéo dài thời gian làm việc của xi măng ionome thủy tinh và tăng cường độ nén của sản phẩm hóa rắn của xi măng ionome thủy tinh.

Biện pháp giải quyết các vấn đề

Một khía cạnh của sáng chế đề cập đến bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa, đường kính thể tích phân vị thứ 50 của nó bằng 5,0 μm hoặc lớn hơn và 9,0 μm hoặc nhỏ hơn, và đường kính thể tích phân vị thứ 10 của nó bằng 2,4 μm hoặc lớn hơn.

Hiệu quả của sáng chế

Trong một khía cạnh của sáng chế, bột thủy tinh floaluminosilicat dung trong nha khoa có thể được cung cấp có khả năng kéo dài thời gian làm việc của xi măng

ionome thủy tinh tăng cường độ nén của sản phẩm hóa rắn của xi măng ionome thủy tinh.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây, các phương án để thực hiện sáng chế sẽ được mô tả.

Bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa

Đường kính thể tích phân vị thứ 50 (d50) của bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa của phương án của sáng chế bằng 5,0 μm hoặc lớn hơn và 9,0 μm hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn là 5,1 μm hoặc lớn hơn và 8,0 μm hoặc nhỏ hơn. Khi d50 của bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa nhỏ hơn 5,0 μm , thời gian làm việc của xi măng ionome thủy tinh trở nên ngắn hơn. Mặt khác, khi d50 của bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa vượt quá 9,0 μm , cường độ nén của sản phẩm hóa rắn của xi măng ionome thủy tinh giảm.

Đường kính thể tích phân vị thứ 10 (d10) của bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa của phương án sáng chế bằng 2,4 μm hoặc lớn hơn, và tốt hơn là 2,7 μm hoặc lớn hơn. Khi d10 của bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa nhỏ hơn 2,4 μm , dung dịch nước của polyme trên cơ sở axit polycarboxylic và bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa trong thể được trộn lẫn.

d10 của bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa của sáng chế thường bằng 4,8 μm hoặc nhỏ hơn.

Đường kính thể tích phân vị thứ 90 (d90) của bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa của phương án sáng chế bằng 13,0 μm hoặc lớn hơn và 20,0 μm hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn là 14,0 μm hoặc lớn hơn và 19,0 μm hoặc nhỏ hơn. Khi d90 của bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa của phương án sáng chế bằng

13,0 μm hoặc lớn hơn, thời gian làm việc của xi măng ionome thủy tinh được kéo dài. Khi d90 của bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa của phương án sáng chế bằng 20 μm hoặc nhỏ hơn, cường độ nén của sản phẩm hóa rắn của xi măng ionome thủy tinh tăng lên.

Hàm lượng flo (F) trong bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa của phương án sáng chế tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 30% theo khối lượng và tốt hơn nữa là từ 3 đến 20% theo khối lượng.

Hàm lượng nhôm trong bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa của phương án sáng chế tốt hơn là nằm trong khoảng từ 15 đến 35% theo khối lượng và tốt hơn nữa là từ 20 đến 30% theo khối lượng về lượng chuyển đổi thành nhôm oxit (Al_2O_3).

Hàm lượng silicon trong bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa của phương án sáng chế tốt hơn là nằm trong khoảng từ 15 đến 50% theo khối lượng và tốt hơn nữa là từ 20 đến 40% theo khối lượng về lượng chuyển đổi thành silic oxit (SiO_2).

Hàm lượng phospho trong bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa của phương án sáng chế tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 10% theo khối lượng và tốt hơn nữa là từ 1 đến 5% theo khối lượng về lượng chuyển đổi thành phospho (V) oxit (P_2O_5).

Hàm lượng natri trong bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa của phương án sáng chế tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 15% theo khối lượng và tốt hơn nữa là từ 1 đến 10% theo khối lượng về lượng chuyển đổi thành natri oxit (Na_2O).

Hàm lượng kali trong bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa của phương án sáng chế tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 10% theo khối lượng và tốt hơn nữa là từ 1 đến 5% theo khối lượng về lượng chuyển đổi thành kali oxit (K_2O).

Hàm lượng stronti trong bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa của phương án sáng chế tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 40% theo khối lượng và tốt hơn nữa là từ 10 đến 30% theo khối lượng về lượng chuyển đổi thành stronti oxit (SrO).

Hàm lượng lantan trong bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa của phương án sáng chế tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 50% theo khối lượng và tốt hơn nữa là từ 1 đến 40% theo khối lượng về lượng chuyển đổi thành lantan oxit (La_2O_3).

Bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa của phương án sáng chế có thể được ứng dụng làm, ví dụ, xi măng ionome thủy tinh hoặc các chất tương tự.

Xi măng ionome thủy tinh

Xi măng ionome thủy tinh của phương án sáng chế chứa bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa của phương án sáng chế và dung dịch nước của polyme trên cơ sở axit polycarboxylic.

Polyme trên cơ sở axit polycarboxylic không bị giới hạn đặc biệt, mà ví dụ, homopolyme hoặc copolyme của axit carboxylic không bão hòa α,β có thể được sử dụng.

Ví dụ về axit carboxylic không bão hòa α,β gồm có axit acrylic, axit metacrylic, axit 2-cloacrylic, axit 3-cloacrylic, axit aconitic, axit mesaconic, axit maleic, axit itaconic, axit fumaric, axit glutaconic, axit xitraconic, và các axit tương tự.

Ngoài ra, polyme trên cơ sở axit polycarboxylic có thể là copolyme của axit carboxylic không bão hòa α,β và monome có thể copolyme hóa với axit carboxylic không bão hòa α,β .

Ví dụ về thành phần mà có thể được copolyme hóa với axit carboxylic không bão hòa α,β gồm có acrylamit, acrylonitril, este axit metacrylic, acrylat, vinyl clorua, allyl clorua, vinyl axetat, và các chất tương tự.

Trong trường hợp này, tỉ lệ của axit carboxylic không bão hòa α,β so với monome tạo nên polyme trên cơ sở axit polycarboxylic tốt hơn là 50% theo khối lượng hoặc lớn hơn.

Polyme trên cơ sở axit polycarboxylic tốt hơn là homopolyme hoặc copolyme của axit acrylic hoặc axit itaconic.

Lưu ý rằng ít nhất một phần của polyme trên cơ sở axit polycarboxylic có thể là bột.

Trong xi măng ionome thủy tinh của phương án sáng chế, khi bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa và dung dịch nước của polyme trên cơ sở axit polycarboxylic được trộn lẫn, tỉ lệ khối lượng của bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa sơ với dung dịch nước của the polyme trên cơ sở axit polycarboxylic (sau đây gọi là tỉ lệ chất bột-chất lỏng) tốt hơn nằm trong khoảng từ 1 đến 5 và tốt hơn nữa là từ 2,8 đến 4,0. Khi tỉ lệ chất bột-chất lỏng bằng 1 hoặc lớn hơn, cường độ nén của sản phẩm hóa rắn của xi măng ionome thủy tinh được tăng thêm nữa. Khi tỉ lệ bột-chất lỏng bằng 5 hoặc nhỏ hơn, bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa và dung dịch nước của polyme trên cơ sở axit polycarboxylic dễ dàng được trộn lẫn.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ của sáng chế sẽ được mô tả dưới đây, nhưng sáng chế không bị giới hạn bởi những ví dụ này.

Điều chế bột thủy tinh floaluminosilicat

28g silic oxit (SiO_2), 10g nhôm oxit (Al_2O_3), 18g nhôm florua (AlF_3), 17g stronti florua (SrF_2), 11g nhôm phosphat (AlPO_4), 6g cryolit (Na_3AlF_6), 6g kali florua (KF) và 3g lantan oxit (La_2O_3) được trộn đều bằng cối. Hỗn hợp thu được được cho vào nồi nấu từ và để yên trong lò điện. Nhiệt độ của lò điện được nâng lên đến 1300°C , hỗn hợp được nấu chảy và đồng nhất vừa đủ, sau đó được đổ vào nước để thu được thủy tinh floaluminosilicat khối lớn. Thủy tinh floaluminosilicat khối lớn thu được được nghiền bằng máy nghiền bi trong 20 giờ và sau đó được đưa qua sàng mắt lưới 120 để thu bột thủy tinh floaluminosilicat.

Đã khẳng định được rằng bột thủy tinh floaluminosilicat thu được chứa hợp chất sau đây bằng phân tích tia X huỳnh quang.

F: 18% theo khối lượng

Na_2O : 3% theo khối lượng

Al_2O_3 : 22% theo khối lượng

SiO_2 : 22% theo khối lượng

P_2O_5 : 5% theo khối lượng

K_2O : 5% theo khối lượng

SrO : 21% theo khối lượng

La_2O_3 : 4% theo khối lượng

Bột thủy tinh floaluminosilicat thu được tiếp tục được nghiền thành bột bằng máy nghiền bi để điều chỉnh sự phân bố kích thước hạt, để thu được bột thủy tinh floaluminosilicat của các ví dụ từ 1 đến 6 và các ví dụ so sánh từ 1 đến 3.

Sự phân bố kích thước hạt của bột thủy tinh floaluminosilicat

Sự phân bố kích thước hạt của bột thủy tinh floaluminosilicat được đo bằng thiết bị đo phân bố kích thước hạt nhiễu xạ / tán xạ laze LA-950 (được sản xuất bởi HORIBA

Ltd.). Cụ thể là, đầu tiên, bột thủy tinh floaluminosilicat được phân tán trong dung dịch nước axit hexametaphosphoric 0,1% theo khối lượng để thu được huyền phù. Tiếp theo, một lượng nhỏ (0,5 ml) huyền phù được bổ sung vào dung dịch nước axit hexametaphosphoric 0,1% theo khối lượng tuần hoàn, và sự phân bố kích thước hạt của bột thủy tinh floaluminosilicat được đo.

Thời gian làm việc của xi măng ionome thủy tinh

Bột thủy tinh floaluminosilicat và dung dịch nước axit polyacrylic 50% theo khối lượng được trộn lẫn ở tỉ lệ chất bột-chất lỏng được xác định trước (xem Bảng 1). Tiếp theo, sản phẩm hỗn hợp được kéo lên bằng thìa, với thìa tiếp xúc với sản phẩm hỗn hợp của xi măng ionome thủy tinh, và thao tác xác nhận xem sản phẩm hỗn hợp của xi măng ionome thủy tinh có dính vào thìa hay không được lặp lại. Bằng cách đó, thời điểm mà sản phẩm hỗn hợp của xi măng ionome thủy tinh không còn dính vào thìa nữa sau khi bắt đầu trộn bột thủy tinh floaluminosilicat và dung dịch nước axit polyacrylic 50% theo khối lượng được đo. Thời điểm đo được coi là thời gian làm việc của xi măng ionome thủy tinh.

Tiêu chuẩn để xác định thời gian làm việc của xi măng ionome thủy tinh như sau.

Xuất sắc: thời gian làm việc của xi măng ionome thủy tinh là 1 phút 30 giây hoặc lớn hơn.

Tốt: thời gian làm việc của xi măng ionome thủy tinh là 1 phút 15 giây hoặc lớn hơn và nhỏ hơn 1 phút 30 giây.

Không tốt: thời gian làm việc của xi măng ionome thủy tinh nhỏ hơn 1 phút 15 giây.

Cường độ nén của sản phẩm hóa rắn của xi măng ionome thủy tinh

Bột thủy tinh floaluminosilicat và dung dịch nước axit polyacrylic 50% theo khối lượng được trộn lẫn ở tỉ lệ chất bột-chất lỏng được xác định trước (xem Bảng 1) để thu được sản phẩm hỗn hợp xi măng ionome thủy tinh. Tiếp theo, 4,2g sản phẩm hỗn hợp xi măng ionome thủy tinh được lấp đầy trong một khuôn có độ cao 6mm và đường kính 4mm, và được tiếp xúc với áp lực và sau đó để yên trong buồng điều nhiệt ở nhiệt độ 37°C và 100% RH trong 1 giờ. Sau khi khuôn được lấy ra khỏi buồng điều nhiệt, sản phẩm hóa rắn của xi măng ionome thủy tinh được tháo ra khỏi khuôn và được nhúng trong nước ở nhiệt độ 37°C trong 24 giờ. Tiếp theo, nước của sản phẩm hóa rắn của xi măng ionome thủy tinh được loại bỏ. Sau đó, một tải trọng được áp vào hướng theo chiều dọc của sản phẩm hóa rắn của xi măng ionome thủy tinh sử dụng máy kiểm tra độ chính xác vạn năng (máy tự ghi) (được sản xuất bởi Shimadzu Corp.), và tải trọng khi sản phẩm hóa rắn của xi măng ionome thủy tinh bị nứt được đo (sau đây, gọi là tải trọng cực đại).

Tiếp theo, cường độ nén C [MPa] của sản phẩm hóa rắn xi măng ionome thủy tinh được tính toán bởi công thức:

$$C=4p/(\pi d^2)$$

Ở đây, p là tải trọng cực đại [N], và d là đường kính [mm] của sản phẩm hóa rắn của xi măng ionome thủy tinh.

Tiêu chuẩn để xác định cường độ nén của sản phẩm hóa rắn của xi măng ionome thủy tinh như sau.

Tốt: cường độ nén của sản phẩm hóa rắn của xi măng ionome thủy tinh bằng 200 MPa hoặc lớn hơn.

Không tốt: cường độ nén của sản phẩm hóa rắn của xi măng ionome thủy tinh nhỏ hơn 200 MPa.

Bảng 1 thể hiện thời gian làm việc của xi măng ionome thủy tinh và kết quả đánh giá cường độ nén của sản phẩm hóa rắn của xi măng ionome thủy tinh.

Bảng 1

	Ví dụ						Ví dụ so sánh		
	1	2	3	4	5	6	1	2	3
d10 (µm)	3,0	2,7	3,2	2,8	2,4	3,2	4,7	2,0	1,3
d50 (µm)	6,3	5,1	6,9	5,8	6,3	6,9	10,1	5,0	2,1
d90 (µm)	16,2	14,0	18,1	16,8	13,2	18,1	18,5	9,1	3,6
Tỉ lệ chất bột-chất	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,4	3,2	3,2	3,2
Thời gian làm việc	1'30''	1'30''	1'40''	1'40''	1'15''	1'15''	1'50''	-	-
	Xuất sắc	Xuất sắc	Xuất sắc	Xuất sắc	Tốt	Tốt	Xuất sắc	-	-
Cường độ nén [MPa]	262	241	220	235	210	249	182	-	-
	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Không tốt	-	-

Từ bảng 1, khi bột thủy tinh floaluminosilicat của các ví dụ từ 1 đến 6 được sử dụng, thời gian làm việc của xi măng ionome thủy tinh được kéo dài, và cường độ nén của xi măng ionome thủy tinh đã hóa cứng tăng lên.

Mặt khác, d50 của bột thủy tinh floaluminosilicat trong ví dụ so sánh 1 bằng 10,1 μm . Kết quả là, cường độ nén của sản phẩm hóa rắn của xi măng ionome thủy tinh giảm xuống.

Hơn nữa, d10 của bột thủy tinh floaluminosilicat trong các ví dụ so sánh 2 và 3 bằng 2,0 μm và 1,3 μm , lần lượt. Kết quả là, bột thủy tinh floaluminosilicat trong các ví dụ so sánh 2 và 3 không thể được trộn lẫn với dung dịch nước polyacrylic 50% theo khối lượng.

Đơn sáng chế quốc tế này dựa trên và yêu cầu ưu tiên của đơn sáng chế Nhật Bản số 2018-103396 nộp ngày 30/05/2018, toàn bộ nội dung của chúng được kết hợp vào đây bằng cách tham chiếu.

Yêu cầu bảo hộ

1. Bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa, bột thủy tinh bao gồm các hạt có đường kính thể tích phân vị thứ 50 bằng 5,0 μm hoặc lớn hơn và 9,0 μm hoặc nhỏ hơn, đường kính thể tích phân vị thứ 10 bằng 2,4 μm hoặc lớn hơn; và đường kính thể tích phân vị thứ 90 bằng 16,2 μm hoặc lớn hơn và 20,0 μm và nhỏ hơn.
2. Bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa theo điểm 1, trong đó chất bột là cho xi măng ionome thủy tinh.
3. Bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa theo điểm 1, trong đó bột này bao gồm:
 - 1 đến 30% khối lượng flo;
 - 0 đến 15% khối lượng natri oxit;
 - 15 đến 35% khối lượng nhôm oxit;
 - 15 đến 50% khối lượng silicon oxit;
 - 0 đến 10% khối lượng phospho (V) oxit;
 - 0 đến 10% khối lượng kali oxit;
 - 0 đến 40% khối lượng stronti oxit; và
 - 0 đến 50% khối lượng lantan oxit.
4. Bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa theo điểm 1, trong đó tỉ lệ khối lượng của bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa so với dung dịch nước của polymer trên cơ sở axit polycarboxylic nằm trong khoảng từ 2,8 đến 4,0.
5. Bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa theo điểm 1, trong đó đường kính thể tích phân vị thứ 10 là 3,2 μm hoặc lớn hơn và 4,8 μm hoặc nhỏ hơn.

6. Xi măng ionome thủy tinh bao gồm:
bột thủy tinh floaluminosilicat dùng trong nha khoa được xác định theo điểm 1;
và
dung dịch nước của polyme trên cơ sở axit polycarboxylic.
7. Xi măng ionome thủy tinh theo điểm 6, trong đó thời gian làm việc của xi măng ionome thủy tinh là 1 phút 15 giây hoặc lớn hơn.
8. Xi măng ionome thủy tinh theo điểm 6, trong đó cường độ nén của sản phẩm được hóa cứng của xi măng ionome thủy tinh là 200 MPa hoặc lớn hơn.