



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК  
A61C 5/00 (2020.08); G01N 3/24 (2020.08)

(21)(22) Заявка: 2020127680, 19.08.2020

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
19.08.2020

Дата регистрации:  
12.01.2021

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 19.08.2020

(45) Опубликовано: 12.01.2021 Бюл. № 2

Адрес для переписки:

308015, Белгородская обл., г. Белгород, ул.  
Победы, 85, НИУ "БелГУ" ОИС, Токтаревой  
Т.М.

(72) Автор(ы):

Романенко Анастасия Андреевна (RU),  
Бузов Андрей Анатольевич (RU),  
Чуев Владимир Петрович (RU),  
Мульчин Максим Александрович (RU),  
Копытов Александр Александрович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Акционерное общество  
"Опытно-экспериментальный завод  
"ВладМиВа" (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете  
о поиске: RU 2489112 C1, 10.08.2013. RU  
2690410 C1, 03.06.2019. RU 2714295 C1,  
13.02.2020. RU 51861 U1, 10.03.2006. US 2019/  
0125632 A1, 05.09.2019. JP S6329672 A, 02.12.1988.

## (54) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРОЧНОСТИ СОЕДИНЕНИЯ СТОМАТОЛОГИЧЕСКОГО МАТЕРИАЛА ДЛЯ ФИКСАЦИИ С ТВЕРДЫМИ ТКАНЯМИ ЗУБА И МАТЕРИАЛОМ НЕСЪЕМНЫХ ЗУБНЫХ ПРОТЕЗОВ И ПРИСПОСОБЛЕНИЕ ДЛЯ ЕГО РЕАЛИЗАЦИИ

(57) Реферат:

Группа изобретений относится к стоматологическому материаловедению. Способ определения прочности соединения стоматологического материала для фиксации с твердыми тканями зуба и конструкционным материалом несъемных зубных протезов включает подготовку образцов подложки из твердых тканей зуба или из конструкционного материала протеза, подготовку образцов адгезионного соединения и проведение испытания на сдвиг с помощью испытательной машины Инстрон при скорости движения траверсы 5 мм/мин до полного разрушения склеенного образца, адгезионную прочность соединения определяют по формуле:  $A_{сд} = \frac{F_{сд}}{S}$ ,

где  $F_{сд}$  - предельная нагрузка, при которой происходит разрушение соединения образца, Н; S - площадь поверхности, по которой происходит разрушение, мм. При этом используют

приспособление, состоящее из верхней и нижней части, каждая из которых закрепляется в соответствующем зажиме испытательной машины Инстрон. Перед установкой верхней части в верхний зажим испытательной машины подложку образца адгезионного соединения фиксируют двумя винтовыми зажимами в отверстиях верхней части приспособления, выполненной в форме пластины. Нагрузку на испытуемый материал прикладывают при помощи закругленного конца нижней части приспособления, выполненной в виде продолговатой пластины, противоположный конец которой закреплен в нижнем зажиме испытательной машины. Образец подложки из конструкционного материала несъемного зубного протеза из сплава или из нержавеющей стали или из диоксида циркония готовят в виде диска диаметром 8 мм и толщиной 5 мм, а образец подложки из композитного материала готовят в виде диска диаметром 4 мм и толщиной 5 мм

путем послойного внесения в форму пакуемого композитного материала, предназначенного для изготовления не прямых композитных реставраций, с последующей полимеризацией. Образец подложки из твердых тканей зуба готовят, монтируя фрагмент удаленного зуба в заполненную светоотверждаемой монтировочной пластмассой цилиндрическую форму, снабженную выталкивателем, выполненным с возможностью перемещения выталкивателя вверх-вниз и находящимся в нижнем положении. После светового отверждения монтировочной

пластмассы переводят выталкиватель в верхнее положение, извлекают образец подложки из твердых тканей зуба из формы. Образец адгезионного соединения «испытуемый материал - конструкционный материал протеза» или «твердые ткани зуба - испытуемый материал - конструкционный материал протеза» готовят посредством приложения нагрузки  $150 \pm 2$  Н на 15 минут с использованием нагружающего устройства. Достигается высокая сходимости результатов измерений. 2 н. и 1 з.п. ф -лы, 4 ил., 6 пр.

RU 2740252 C1

RU 2740252 C1



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC

*A61C 5/00 (2020.08); G01N 3/24 (2020.08)*(21)(22) Application: **2020127680, 19.08.2020**(24) Effective date for property rights:  
**19.08.2020**Registration date:  
**12.01.2021**

Priority:

(22) Date of filing: **19.08.2020**(45) Date of publication: **12.01.2021** Bull. № 2

Mail address:

**308015, Belgorodskaya obl., g. Belgorod, ul.  
Pobedy, 85, NIU "BelGU" OIS, Toktarevoj T.M.**

(72) Inventor(s):

**Romanenko Anastasiya Andreevna (RU),  
Buzov Andrej Anatolevich (RU),  
Chuev Vladimir Petrovich (RU),  
Mulchin Maksim Aleksandrovich (RU),  
Kopytov Aleksandr Aleksandrovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Aksionernoe obshchestvo  
"Opytno-eksperimentalnyj zavod "VladMiVa"  
(RU)**(54) **METHOD OF DETERMINING STRENGTH OF DENTAL MATERIAL CONNECTION FOR FIXATION WITH HARD TOOTH TISSUES AND NON-REMOVABLE DENTAL PROSTHESIS MATERIAL AND DEVICE FOR ITS IMPLEMENTATION**

(57) Abstract:

FIELD: dental material science.

SUBSTANCE: method for determining strength of connection of dental material for fixation with hard tooth tissues and structural material of fixed dentures involves preparation of substrate samples from hard tooth tissues or from structural material of prosthesis, preparation of specimens of adhesive bonding and carrying out of test for shift by means of Instron testing machine at speed of movement of cross-beam of 5 mm/min till complete destruction of glued sample; adhesion strength of connection is determined by formula:  $A_{sd}=F_{sd}/S$ , where  $F_{sd}$  is the limit load at which the sample compound is destroyed, N; S is area of surface, over which destruction takes place, mm. Note here that appliance consisting of upper and lower parts is used, each of which is fixed in appropriate clamp of Instron testing machine. Prior to installation of upper part into upper clamp of testing machine sample adhesive bond substrate is fixed with two screw clamps in hole of upper part of appliance made in form of plate. Load on test material is applied by rounded end of lower part of appliance, made in form of elongated plate, opposite

end of which is fixed in lower clamp of testing machine. A sample of a substrate of a fixed non-removable dental prosthesis of alloy or stainless steel or zirconium dioxide is prepared in the form of disc with diameter of 8 mm and thickness of 5 mm, and sample of substrate from composite material is prepared in the form of disc with diameter of 4 mm and thickness of 5 mm by layer-by-layer introduction of packable composite material intended for production of indirect composite restorations, followed by polymerisation. A sample of a dental tissue substrate is prepared by mounting a fragment of the removed tooth into a cylindrical mold filled with light curable mounting plastic, provided with a pusher, made with the possibility to move the pusher up and down and located in the lower position. After light hardening of the mounting plastic, the pusher is moved to the upper position; the substrate sample is extracted from the tooth hard tissues from the mold. A sample of an adhesive compound "test material – structural material of the prosthesis" or "hard tooth tissues – test material – structural material of the prosthesis" is prepared by applying load of  $150\pm 2$  N

for 15 minutes using a loading device.  
EFFECT: higher measurement result reliability.

3 cl, 4 dwg, 6 ex

R U 2 7 4 0 2 5 2 C 1

R U 2 7 4 0 2 5 2 C 1

Группа изобретений относится к стоматологическому материаловедению и касается способа определения прочности соединения стоматологического материала для фиксации с твердыми тканями зуба и конструкционным материалом несъемных зубных протезов и устройства для его осуществления.

5 К стоматологическим материалам для фиксации относятся цементы и адгезивы.

Из уровня техники известны такие способы, как способ определения прочности соединения стоматологического восстановительного материала с твердыми тканями зуба и устройство для его осуществления по патенту №2489112 (Опубликовано 10.08.2013), способ определения прочности сцепления (адгезии) отвержденного  
10 стоматологического цемента с основанием и устройство для его реализации по патенту РФ № 2690410 (опубликовано 03.06.2019), способ оценки адгезионной прочности в соединении стоматологических материалов с тканями зуба по патенту № 2714295 (Опубликовано 13.02.2020).

Общим недостатком указанных технических решений является то, что они  
15 предназначены только для определения прочности на разрыв.

За прототип взят способ определения адгезионной прочности стоматологических полимерных восстановительных материалов в соединении с твердыми тканями зуба и с металлом для каркаса несъемного зубного протеза. (Пункт 6.3 ГОСТ 31574-2012  
20 Материалы стоматологические полимерные восстановительные. Технические требования. Методы испытаний). Данный способ предназначен для определения прочности соединения с эмалью и дентином зуба пломбировочных материалов, изолирующих покрытий или лаков-глазурей, герметиков, а также для определения прочности соединения с поверхностью зуба брекетов (скоб) для ортодонтического  
лечения на сдвиг.

25 Определение адгезионных показателей по прототипу включает подготовку образцов подложки из твердых тканей зуба или из металла, подготовку образцов адгезионного соединения путем обработки поверхности образца подложки в соответствии с инструкцией изготовителя, например, травлением, нанесением подслоя или адгезива, далее на подготовленную поверхность образца подложки устанавливают  
30 приспособление цилиндрической формы, выполненное как разъемное фторопластовое кольцо, которое заполняют испытуемым материалом с последующим отверждением в соответствии с инструкцией изготовителя. Затем затвердевший испытуемый материал освобождают от формы и образец адгезионного соединения погружают в сосуд с дистиллированной водой на 24 ч при температуре  $(37\pm 1)^\circ\text{C}$ .

35 В случае подготовки образца подложки из твердых тканей зуба каждый удаленный зуб распиливают на две части в сагиттальном направлении на шлифовальной машине фрезой при скорости 1500-3000 об/мин, строго контролируя условие сохранения влажности зуба, т.к. пребывание зуба на воздухе без увлажнения свыше 15 мин может привести к необратимым изменениям его твердых тканей. Половину зуба монтируют  
40 с помощью самотвердеющей пластмассы в блок, так чтобы поверхность эмали диаметром около 4 мм была открыта и рабочая поверхность эмали зуба выступала над поверхностью монтировочной пластмассы не более чем на 1 мм для того, чтобы все манипуляции по подготовке поверхности эмали к испытаниям можно было проводить, не опасаясь загрязнения рабочей поверхности образца примесями из  
45 монтировочной пластмассы. Подготовленный образец подложки сразу после изготовления помещают в воду комнатной температуры  $(23\pm 1)^\circ\text{C}$ ; воду периодически меняют.

Подготовку образца подложки из конструкционного материала протеза металла,

например, из сплава, предназначенного для изготовления цельнолитых несъемных зубных протезов (чаще из кобальтохромового сплава КХС), готовят по традиционной технологии литья каркасов зубных протезов, отливая металлические подложки в виде диска диаметром  $15\pm 1$  мм и толщиной  $1,5\pm 0,2$  мм. Рабочую поверхность образца подвергают предварительно пескоструйной обработке корундовым песком размером частиц 200-300 мкм при давлении сжатого воздуха 4-5 атм и обезжиривают марлевым тампоном, смоченным этиловым спиртом. Затем поверхность образца подложки из конструкционного материала обрабатывают, как указано в инструкции изготовителя по подготовке поверхности каркаса зубного протеза перед нанесением облицовки, например, наносят гальванический слой, адгезив, специальный агент, подслой грунта или опакера и т.п.

Для подготовки образца адгезионного соединения с подложкой из твердых тканей зуба поверхность эмали обезжиривают марлевым тампоном, смоченным этиловым спиртом, затем на поверхность накладывают тонкую полиэфирную пленку с круглым отверстием диаметром 3 мм так, чтобы отверстие приходилось на испытываемую поверхность эмали. После чего подготавливают поверхность зуба в соответствии с инструкцией изготовителя, а именно проводят травление, нанесение подслоя, адгезива и т.п. Затем на поверхность эмали устанавливают разъемное фторопластовое кольцо, следя за соблюдением соосности отверстия кольца и окружности обработанной поверхности эмали. Цилиндрическое отверстие кольца заполняют испытываемым материалом. При этом важно не допустить образования воздушных пустот или пор на поверхности раздела в массе материала. Композитный материал отверждают в соответствии с инструкцией. Разъемное кольцо аккуратно удаляют и подготовленный образец погружают в сосуд с дистиллированной водой. Десять образцов адгезионного соединения выдерживают в воде в течение 24 ч при температуре  $(37\pm 1)^\circ\text{C}$ .

Для подготовки образца адгезионного соединения с подложкой из металла, на подготовленную поверхность подложки с нанесенным грунтом устанавливают разъемную форму для цилиндрического образца, закрепляют ее на подложке, чтобы не происходило смещения при дальнейших процедурах, и заполняют испытываемым материалом, тщательно уплотняя в форме каждую его порцию. Если испытываемый материал является отверждающимся при воздействии внешних источников энергии (света), то первую порцию материала в форме предварительно отверждают светом, затем вносят следующую порцию и отверждают в соответствии с инструкцией изготовителя для нанесения слоев облицовочного материала, предпочтительно дентина, при изготовлении металлопластмассовых несъемных зубных протезов. Таким образом, изготавливают пять образцов. Затем образцы освобождают от разъемной формы и оставляют на воздухе при комнатной температуре  $(23\pm 1)^\circ\text{C}$  на 24 ч. Готовые образцы адгезионного соединения погружают в сосуд с дистиллированной водой на 24 ч при температуре  $(37\pm 1)^\circ\text{C}$ .

Перед испытанием образцы адгезионного соединения извлекают из воды, удаляют остатки влаги фильтровальной бумагой и устанавливают в верхнюю часть приспособления для испытания на сдвиг испытательной машины Инстрон, выполненную в виде кольца. Затем на испытываемый материал цилиндрической формы, адгезионно соединенный с подложкой, накладывают вторую половину приспособления для испытания, выполненную в виде нагружающей пластины, и аккуратно, стараясь не передавать напряжение на адгезионное соединение, закрепляют ее в нижнем зажиме испытательной машины. После чего включают двигатель машины и записывают значение, при котором происходит разрушение склеенного образца по поверхности

раздела. Испытание проводят до полного разрушения склеенного образца при скорости движения траверсы 5 мм/мин.

Адгезионную прочность соединения определяют как предел прочности при сдвиге цилиндрического образца восстановительного материала относительно поверхности подложки. Адгезионную прочность, МПа, вычисляют по формуле:

$$A_{\text{ад}} = \frac{F_{\text{сд}}}{S}, \text{ где}$$

$F_{\text{сд}}$  - предельная нагрузка, при которой происходит разрушение образца адгезионного соединения, Н;

$S$  - площадь поверхности, по которой происходит разрушение, условно равная площади круга диаметром 3 мм для образца адгезионного соединения с подложкой из зуба. Для образца с подложкой из металла  $S$  равно площади поверхности места соединения с исследуемым материалом, мм.

Недостатком данного способа является то, что он предназначен только для определения адгезии полимерных восстановительных материалов и не применим для цементов на водной или полимерной основе и для адгезивных систем. Наконец, он дает большое значение коэффициента вариации получаемых результатов испытаний - до 50%.

Таким образом, задача по созданию способа определения адгезионной прочности для более широкого круга стоматологических материалов к твердым тканям зуба и к конструкционным материалам несъемных зубных протезов, является актуальной. Тем более, что технологии протезирования за последние годы значительно усовершенствовались. Вместе с ними расширился спектр материалов для производства протезов различных конструкций. (Интернет-источник: <http://www.vash-dentist.ru/protezirovanie/semnyie-p/kakie-materialyi-zubnyih.html> © Онлайн-журнал Ваш Стоматолог).

Задача группы изобретений направлена на устранение недостатков прототипа.

Технический результат - получение корректных данных об адгезионной прочности стоматологических материалов для фиксации, таких как цементы на водной или полимерной основе, и адгезивных систем в соединении с твердыми тканями зуба и материалом для несъемных зубных протезов, благодаря высокой сходимости результатов измерений за счет использования предлагаемого приспособления для осуществления разработанного способа.

Для достижения технического результата предлагается способ определения адгезии стоматологических материалов для фиксации к тканям зуба и конструкционным материалам несъемных зубных протезов и приспособление для его осуществления.

В известный способ, включающий подготовку образцов подложки из твердых тканей зуба или из конструкционного материала протеза, подготовку образцов адгезионного соединения путем установки на подготовленную поверхность подложки разъемной цилиндрической формы и заполнения ее испытуемым стоматологическим материалом, который после затвердевания освобождают от формы, полученные образцы адгезионного соединения с испытуемым материалом цилиндрической формы адгезионно соединенным с подложкой, выдерживают в дистиллированной воде 24 ч при температуре  $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$ , перед испытанием подложку осушенного образца адгезионного соединения устанавливают в верхнюю часть приспособления для испытания на сдвиг испытательной машины Инстрон, затем на испытуемый материал цилиндрической формы, адгезионно соединенный с подложкой, воздействуют второй половиной приспособления, закрепленной в нижнем зажиме испытательной машины, для чего включают двигатель машины и прикладывают нагрузку при скорости движения траверсы 5 мм/мин до

полного разрушения склеенного образца, адгезионную прочность соединения

определяют по формуле:  $A_{\omega} = \frac{F_{\omega}}{S}$

где  $F_{\omega}$  - предельная нагрузка, при которой происходит разрушение соединения образца, Н;

$S$  - площадь поверхности, по которой происходит разрушение, мм, и вычисляют среднее арифметическое значений адгезионной прочности,

внесены следующие новые признаки:

- определение прочности адгезионного соединения осуществляют путем деформирования образца адгезионного соединения, подложка которого предварительно зафиксирована двумя винтовыми зажимами в отверстии верхней части приспособления, которое выполнено в форме пластины с отверстием, после закрепления верхней части с образцом адгезионного соединения в верхнем зажиме испытательной машины Instron на испытуемый материал адгезионного соединения воздействуют закругленным концом нижней части приспособления, которое выполнено в виде продолговатой пластины, противоположный конец которой закреплен в нижнем зажиме испытательной машины, при этом:

- образец подложки из конструкционных материалов несъемных зубных протезов из сплава или нержавеющей стали или диоксида циркония готовят по традиционной технологии литья каркасов зубных протезов в виде диска диаметром 8 мм и толщиной 5 мм, а образцы подложки из композитного материала готовят в виде диска диаметром 4 мм и толщиной 5 мм путем послойного внесения в форму пакуемого композитного материала, предназначенного для изготовления не прямых композитных реставраций, с последующей полимеризацией;

- образцы подложки из твердых тканей зуба готовят путем распиливания удаленного зуба в горизонтальном направлении в области цервикальной трети коронковой части с помощью алмазного диска станка для резки при скорости 3000 об/мин, контролируя условия сохранения влажности зуба, затем заполняют светоотверждаемой монтировочной пластмассой цилиндрическую форму, внутренний диаметр которой равен 15 мм, а высота - 30 мм, снабженную выталкивателем, находящимся в нижнем положении и монтируют фрагмент зуба так, чтобы рабочая поверхность зуба несколько выступала над поверхностью монтировочной массы, но не более чем на 2-3 мм и была параллельна основанию формы, после светового отверждения монтировочной пластмассы, переводят выталкиватель в верхнее положение, извлекают образец подложки из твердых тканей зуба из формы и помещают в раствор искусственной слюны комнатной температуры ( $23 \pm 1$ )°C;

- далее готовят образцы адгезионного соединения для систем «твердые ткани зуба - испытуемый материал», «испытуемый материал - конструкционный материал протеза» и «твердые ткани зуба - испытуемый материал - конструкционный материал протеза», причем:

- для изготовления образца адгезионного соединения «твердые ткани зуба - испытуемый материал» непосредственно на поверхность образца подложки из твердых тканей зуба устанавливают цилиндрическую разъемную форму высотой не более 7 мм с внутренним диаметром 4 мм, что обусловлено анатомическими особенностями исследуемых зубов, и закрепляют ее с помощью текучего композитного материала. Затем поверхность твердых тканей зуба в пределах формы обрабатывают адгезивной системой согласно инструкции производителя. После чего в форму послойно вносят испытуемый материал, а именно композитный пломбирочный материал, и

полимеризуют каждый слой отдельно в соответствии с инструкцией. После отверждения испытуемого материала удаляют форму, образец адгезионного соединения погружают в сосуд с дистиллированной водой на 24 ч при температуре  $(37\pm 1)^\circ\text{C}$ . Таким образом готовят 10 образцов;

- 5 - для изготовления образца адгезионного соединения «испытуемый материал - конструкционный материал протеза» или «твердые ткани зуба - испытуемый материал - конструкционный материал протеза» предварительно проводят подготовку образцов подложки из твердых тканей зуба и образцов из композитного конструкционного материала или образцов из конструкционного материала в соответствии с инструкцией
- 10 изготовителя испытуемого стоматологического материала. В центр образца подложки из твердых тканей зуба или из конструкционного материала кладут необходимое для заполнения всей поверхности количество смешанного цемента и помещают образец с цементом на основание нагрузочного устройства так, чтобы цемент располагался по центру приложения нагрузки. Сверху цемент накрывают образцом из конструкционного
- 15 материала, следя за тем, чтобы цемент попал в ее центр. Не позднее, чем за 10 с до окончания рабочего времени цемента, указанного в инструкции изготовителя, прикладывают нагрузку  $150\pm 2$  Н перпендикулярно к центру верхнего элемента образца. Следят за тем, чтобы цемент полностью заполнил пространство между элементами образца. Излишки цемента с торцов образца необходимо убрать марлевым тампоном.
- 20 Далее в случае использования цемента на полимерной основе проводят окончательную полимеризацию в соответствии с инструкцией. Через 15 минут после начала приложения нагрузки образец удаляют из нагружающего устройства и опускают его в сосуд с дистиллированной водой и помещают в термостат при температуре  $(37\pm 1)^\circ\text{C}$  на  $(23\pm 0,5)$  ч. Готовят по 10 экземпляров каждого образца адгезионного соединения.

- 25 В отличие от прототипа, в котором для подготовки подложки из твердых тканей зуба половину зуба монтируют с помощью самотвердеющей пластмассы в блок, предложено приспособление для подготовки образца из твердых тканей зуба в виде корпуса цилиндрической формы с внутренним диаметром равным 15 мм и высотой 30 мм. Указанный корпус снабжен выталкивателем, с возможностью перемещения
- 30 выталкивателя вверх-вниз. Цилиндрическую форму заполняют светоотверждаемой монтировочной пластмассой, предварительно опустив выталкиватель в нижнее положение и монтируют фрагмент зуба так, чтобы рабочая поверхность зуба несколько выступала над поверхностью монтировочной массы, но не более чем на 2-3 мм и была параллельна основанию формы. После светового отверждения монтировочной
- 35 пластмассы, переводят выталкиватель в верхнее положение и извлекают образец подложки из твердых тканей зуба из формы.

Данное устройство сокращает расходы на такие вспомогательные материалы как блоки, за счет возможности использовать эту форму многократно для изготовления подложек из твердых тканей зуба.

- 40 Кроме того, в приспособление для проведения испытания адгезионной прочности, выполненное из нижней и верхней части, каждая из которых закрепляется в соответствующем зажиме испытательной машины Инстрон, внесены следующие новые признаки:

- 45 верхняя часть приспособления выполнена в виде пластины с отверстием для размещения подложки образца адгезионного соединения и снабжена двумя винтовыми зажимами для его фиксации в отверстии, при этом, размеры пластины определяются в зависимости от размера верхнего зажима испытательной машины, а также размера подложки адгезионного соединения. А диаметр отверстия - не менее диаметра подложки

образца адгезионного соединения. Так, например, толщина пластины для подложки из твердых тканей зуба, изготовленной при помощи вышеуказанного приспособления цилиндрической формы должна быть не менее 30 мм, а диаметр отверстия не менее 15 мм. Для подложки из конструкционного материала толщина пластины не менее 5 мм, а диаметр отверстия не менее 8 мм. Нижняя часть приспособления выполнена в виде продолговатой пластины, размеры которой определяются в зависимости от размера нижнего зажима испытательной машины, а толщина должна быть не меньше 3 мм, чтобы не превышать высоту исследуемого материала в виде цилиндра, а также обеспечивать деформационную устойчивость нижней части приспособления при используемых нагрузках. При этом один конец пластины выполнен с возможностью закрепления в нижнем зажиме испытательной машины, а противоположный ему конец пластины, передающий нагрузку на адгезионное соединение, выполнен закругленным, что позволяет обеспечить гарантированное приложение силы к образцу адгезионного соединения только в одной точке.

Предложенная группа изобретений поясняется фигурами.

На фиг. 1 представлено изображение цилиндрической формы для подготовки образца подложки из твердых тканей зуба, где 1 — корпус цилиндрической формы, 2 — выталкиватель: на фиг. 1а — выталкиватель в нижнем положении, на фиг. 1б — выталкиватель в верхнем положении.

На фиг. 2 - схема нагружающего устройства для изготовления образцов адгезионного соединения «стоматологический материал - конструкционный материал протеза» или «твердые ткани зуба - стоматологический материал - конструкционный материал протеза», где 3 — подложка из твердых тканей зуба или конструкционного материала; 4 – испытуемый стоматологический материал; 5 - образец из конструкционного материала.

На фиг. 3 – изображение приспособления к испытательной машине для испытания адгезии на сдвиг, где 6 – верхняя часть приспособления; 7 – нижняя часть приспособления; 8 – винтовые зажимы.

На фиг. 4 – схема приспособления к испытательной машине для испытания адгезии на сдвиг в сборе с образцом адгезионного соединения, где 3 - подложка из твердых тканей зуба или конструкционного материала; 4 – испытуемый стоматологический материал; 5 - образец из конструкционного или из композитного материала; 6 – верхняя часть приспособления; 7 – нижняя часть приспособления, 8- винтовой зажим.

Конкретные примеры использования изобретения.

Пример №1. Определение прочности соединения адгезива к зубу и пломбирочному материалу.

Образец подложки из твердых тканей зуба готовили путем распиливания в горизонтальном направлении удаленного зуба в области цервикальной трети коронковой части с помощью алмазного диска станка для резки при скорости 3000 об/мин, контролируя условия сохранения влажности зуба, затем заполняли светоотверждаемой пластмассой «Нолатек» (ВладМиВа) цилиндрическую форму, снабженную выталкивателем, находящемся в нижнем положении, и монтировали фрагмент зуба так, чтобы рабочая поверхность зуба несколько выступала над поверхностью монтировочной массы, но не более чем на 2-3 мм и была параллельна основанию формы. После светового отверждения монтировочной пластмассы, переводили выталкиватель в верхнее положение, извлекали образец подложки из твердых тканей зуба из формы, обрабатывали поверхность твердых тканей зуба синим алмазным бором «РосБел» (ВладМиВа) и помещали в раствор искусственной слюны комнатной

температуры (23±1)°С. Для подготовки образца адгезионного соединения на поверхность образца подложки из твердых тканей зуба устанавливали разъемную полипропиленовую цилиндрическую форму высотой 7 мм с внутренним диаметром 4 мм, и закрепляли ее с помощью текучего композитного материала, например, универсальной композитной пасты ДентЛайт (производство ВладМиВа, Россия). Затем поверхность твердых тканей зуба в пределах формы обрабатывали адгезивной системой 4-го поколения «Optibond FL» (Kerr) согласно инструкции производителя и вносили в форму композитный пломбирочный материал «ДентЛайт» (ВладМиВа). После полимеризации испытуемого материала форму удаляли и образцы погружали в сосуд с дистиллированной водой на 24 ч при температуре (37±1)°С. Таким образом было подготовлено 10 образцов адгезионного соединения. Перед определением прочности адгезионного соединения образцы извлекли из воды, удалили остатки влаги фильтровальной бумагой. Определение прочности адгезионного соединения осуществляли путем деформирования подготовленных образцов, предварительно фиксируя подложку каждого образца двумя винтовыми зажимами в отверстиях пластины верхней части приспособления, которую затем вместе с образцом адгезионного соединения закрепляли в верхнем зажиме испытательной машины Instron, в нижнем зажиме закрепляли нижнюю часть приспособления, выполненную в виде продолговатой пластины с концом округлой формы и подводили конец округлой формы к испытуемому материалу цилиндрической формы, после чего включали двигатель и прикладывали нагрузку при скорости движения траверсы 5 мм/мин до полного разрушения склеенного образца. При испытании 10 образцов разрушение произошло при нагрузке в среднем 104±11 Н, а площадь поверхности адгезионного контакта стоматологического материала с конструкционным материалом составила 12,56 мм<sup>2</sup>. В соответствии с проведенным расчетом по формуле  $A_{\omega} = \frac{F_{\omega}}{S}$ , адгезия испытуемого стоматологического материала «Optibond FL» (Kerr) составила в среднем 8,667±0,917 МПа.

Пример №2. Испытание адгезии цемента на полимерной основе к зубу и конструкционному материалу.

Образцы подложки из твердых тканей зуба готовили так как описано в примере 1, но монтирование в цилиндрическую форму, снабженную плунжером, осуществляли в светоотверждаемую пластмассу «Нолатек» (ВладМиВа). Образцы конструкционного материала готовили по традиционной технологии литья каркасов зубных протезов из кобальт-хромового сплава «Starbond CoS» (Scheftner Dental Alloys) в виде дисков диаметром 8 мм и толщиной 5 мм, проводили пескоструйную обработку «Белэкт» №8 (ВладМиВа) - электрокорундом зернистостью 106-90 мкм. Для подготовки образцов адгезионного соединения в центр поверхности образца из твердых тканей зуба помещали необходимое для заполнения всей поверхности количество композитного цемента двойного отверждения «Компофикс» (ВладМиВа), затем помещали образец подложки из зуба с цементом на основание нагрузочного устройства так, чтобы цемент располагался по центру приложения нагрузки. Сверху цемент накрывали образцом из кобальт-хромового сплава «Starbond CoS», следя за тем, чтобы цемент попал в ее центр. Не позднее, чем за 10 с до окончания рабочего времени, указанного в инструкции изготовителя, прикладывали нагрузку 150±2 Н перпендикулярно к центру верхнего элемента образца, контролируя, чтобы цемент полностью заполнил пространство между элементами образца. Излишки цемента с торцов образца убирали марлевым тампоном. Далее проводили полимеризацию цемента двойного отверждения

«Компофикс» в соответствии с инструкцией. Через 15 минут после начала приложения нагрузки образец удаляли из нагружающего устройства, опускали в сосуд с дистиллированной водой и помещали в термостат при температуре  $37 \pm 1^\circ\text{C}$  на  $23 \pm 0,5$  ч. Готовили по 10 экземпляров каждого образца адгезионного соединения. Определение прочности адгезионного соединения осуществляли так же как в примере 1. В результате испытания 10 образцов получили данные, что разрушение образцов произошло при нагрузке в среднем  $166 \pm 15$  Н, площадь поверхности адгезионного контакта стоматологического материала с конструкционным материалом составила  $50,265 \text{ мм}^2$ .

В соответствии с проведенным расчетом по формуле  $A_{\omega} = \frac{F_{\omega}}{S}$ , адгезия испытуемого стоматологического материала в среднем составила  $3,320 \pm 0,300$  МПа.

Пример №3 испытание адгезии цемента на водной основе к зубу и конструкционному материалу.

Образцы подложки из твердых тканей зуба готовили так как описано в примере 2, образцы конструкционного материала готовили по традиционной технологии литья каркасов зубных протезов из нержавеющей стали в виде диска диаметром 8 мм и толщиной 5 мм, с обработкой по примеру 2. Образцы адгезионного соединения готовили с помощью нагрузочного устройства как в примере 2, но использовали поликарбоксилатный цемент на водной основе «Белокор» (ВладМиВа) в соответствии с инструкцией изготовителя. Готовили 10 образцов. Определение прочности адгезионного соединения проводили как в примере 1. При испытании разрушение образцов произошло при нагрузке в среднем  $188 \pm 19$  Н, а площадь поверхности адгезионного контакта стоматологического материала с конструкционным материалом составила  $50,265 \text{ мм}^2$ .

В соответствии с проведенным расчетом по формуле  $A_{\omega} = \frac{F_{\omega}}{S}$ , адгезия испытуемого стоматологического материала в среднем составила  $3,760 \pm 0,380$  МПа.

Пример № 4. Определение адгезии цемента на полимерной основе к конструкционному материалу.

Были изготовлены образцы подложки из кобальт-хромового сплава «Starbond CoS» (Scheftner Dental Alloys) и проведена их пескоструйная обработка «Белэкт» №8 (ВладМиВа) - электрокорундом зернистостью 106-90 мкм. При подготовке образца адгезионного соединения два образца из кобальт-хромового сплава соединяли при помощи композитного цемента двойного отверждения «Компофикс» (ВладМиВа) в соответствии с инструкцией изготовителя с использованием нагрузочного устройства как в примере 2. Готовили 10 образцов адгезионного соединения. Определение прочности адгезионного соединения проводили как в примере 1. При испытании разрушение образцов произошло при нагрузке в среднем  $1169 \pm 199$  Н, а площадь поверхности адгезионного контакта стоматологического материала с конструкционным материалом составила  $50,265 \text{ мм}^2$ . В соответствии с проведенным расчетом по формуле  $A_{\omega} = \frac{F_{\omega}}{S}$ , адгезия испытуемого стоматологического материала в среднем составила  $23,380 \pm 3,980$  МПа.

Пример №5. Определение адгезии цемента на водной основе к конструкционному материалу.

Были изготовлены образцы подложки из керамики безметалловой на основе оксида циркония «Эсткер» (ВладМиВа) в виде дисков диаметром 8 мм и толщиной 5 мм, и

проведена их пескоструйная обработка «Белэкт» №25 (ВладМиВа) - электрокорундом зернистостью 300-250 мкм. При подготовке образца адгезионного соединения два образца из диоксида циркония соединили при помощи стеклоиономерного цемента «Цемион-Ф» (ВладМиВа) так же как в примере 2 с использованием нагрузочного устройства. Готовили 10 образцов адгезионного соединения. Определение прочности адгезионного соединения проводили как в примере 1. При испытании разрушение образцов произошло при нагрузке в среднем  $237 \pm 23$  Н, а площадь поверхности адгезионного контакта стоматологического материала с конструкционным материалом составила  $50,265 \text{ мм}^2$ . В соответствии с проведенным расчетом по формуле  $A_{\omega} = \frac{F_{\omega}}{S}$ , адгезия испытуемого стоматологического материала составила в среднем  $4,740 \pm 0,460$  Мпа.

Пример №6. Определение адгезии композитного цемента к зубу и конструкционному материалу.

Образцы подложки из твердых тканей зуба готовили так как описано в примере 1. Образцы конструкционного материала в виде диска диаметром 4 мм и толщиной 5 мм были изготовлены путем послойного внесения в форму пакуемого композитного материала ДентЛайт (производство ВладМиВа, Россия), предназначенного для изготовления не прямых композитных реставраций, с последующей полимеризацией. Поверхность твердых тканей зуба обрабатывали адгезивной системой 4-го поколения «Optibond FL» (Kerr). При подготовке образца адгезионного соединения образец подложки из зуба и образец из композитного материала фиксировали при помощи композитного цемента двойного отверждения «Компофикс» (ВладМиВа) в соответствии с инструкцией изготовителя, с использованием нагрузочного устройства так же, как в примере 2. Готовили 10 образцов адгезионного соединения. Определение прочности адгезионного соединения проводили как в примере 1. При испытании разрушение образцов произошло при нагрузке в среднем  $83 \pm 6$  Н, а площадь поверхности адгезионного контакта стоматологического материала с конструкционным материалом составила  $12,56 \text{ мм}^2$ . В соответствии с проведенным расчетом по формуле  $A_{\omega} = \frac{F_{\omega}}{S}$ , адгезия испытуемого стоматологического материала составила в среднем  $6,608 \pm 0,478$  МПа.

Таким образом приведенные примеры подтверждают возможность получения высокой сходимости результатов измерений, получаемых при осуществлении заявленного способа определения прочности соединения стоматологического материала для фиксации с твердыми тканями зуба и конструкционным материалом несъемных зубных протезов и использования устройства для его осуществления.

#### (57) Формула изобретения

1. Способ определения прочности соединения стоматологического материала для фиксации с твердыми тканями зуба и конструкционным материалом несъемных зубных протезов, включающий подготовку образцов подложки из твердых тканей зуба или из конструкционного материала протеза, подготовку образцов адгезионного соединения путем установки разъемной цилиндрической формы на подготовленную поверхность подложки и заполнения ее испытуемым стоматологическим материалом, который после затвердевания освобождают от формы и полученные образцы адгезионного соединения выдерживают в дистиллированной воде 24 часа при температуре  $37 \pm 1$  °С, затем верхнюю часть приспособления для испытания на сдвиг с установленной в нее подложкой

осушенного образца адгезионного соединения зажимают в верхний зажим испытательной машины Инстрон, а к испытываемому материалу цилиндрической формы, адгезионно соединенному с подложкой, прикладывают нагрузку при помощи второй половины приспособления для испытания, укрепленной в нижнем зажиме испытательной машины, при скорости движения траверсы 5 мм/мин до полного разрушения склеенного образца, затем определяют адгезионную прочность соединения по формуле:  $A_{сд} = \frac{F_{сд}}{S}$ ,

где  $F_{сд}$  - предельная нагрузка, при которой происходит разрушение соединения образца, Н;

$S$  - площадь поверхности, по которой происходит разрушение, мм, отличающийся тем, что

перед установкой верхней части приспособления в верхний зажим испытательной машины подложку образца адгезионного соединения фиксируют двумя винтовыми зажимами в отверстиях верхней части приспособления, выполненной в форме пластины, толщина которой не меньше высоты подложки адгезионного соединения, диаметр отверстия не меньше диаметра подложки образца адгезионного соединения, а нагрузку на испытываемый материал прикладывают при помощи закругленного конца нижней части приспособления, выполненной в виде продолговатой пластины, противоположный конец которой закреплен в нижнем зажиме испытательной машины, при этом:

образец подложки из конструкционного материала несъемного зубного протеза из сплава или из нержавеющей стали или из диоксида циркония готовят в виде диска диаметром 8 мм и толщиной 5 мм, а образец подложки из композитного материала готовят в виде диска диаметром 4 мм и толщиной 5 мм путем послойного внесения в форму пакуемого композитного материала, предназначенного для изготовления

непрямых композитных реставраций, с последующей полимеризацией; образец подложки из твердых тканей зуба готовят путем распиливания удаленного зуба в горизонтальном направлении в области цервикальной трети коронковой части, затем монтируют фрагмент зуба в заполненную светоотверждаемой монтировочной пластмассой цилиндрическую форму, снабженную выталкивателем, выполненным с

возможностью перемещения выталкивателя вверх-вниз и находящимся в нижнем положении, после светового отверждения монтировочной пластмассы переводят выталкиватель в верхнее положение, извлекают образец подложки из твердых тканей зуба из формы и помещают в раствор искусственной слюны комнатной температуры  $23 \pm 1^\circ\text{C}$ ;

для изготовления образца адгезионного соединения «твердые ткани зуба - испытываемый материал» на поверхность образца подложки из твердых тканей зуба устанавливают цилиндрическую разъемную форму, закрепляют её с помощью текучего композитного материала, затем поверхность твердых тканей зуба в пределах формы обрабатывают адгезивной системой согласно инструкции производителя и послойно вносят в форму композитный пломбировочный материал, после отверждения испытываемого материала форму удаляют и образец адгезионного соединения погружают в сосуд с дистиллированной водой на 24 ч при температуре  $37 \pm 1^\circ\text{C}$ ;

для изготовления образца адгезионного соединения «испытываемый материал - конструкционный материал протеза» или «твердые ткани зуба - испытываемый материал - конструкционный материал протеза» в центр предварительно подготовленного образца подложки из твердых тканей зуба или из конструкционного материала кладут необходимое для заполнения всей поверхности подложки количество смешанного цемента и помещают образец с цементом на основание нагрузочного устройства так,

чтобы цемент располагался по центру приложения нагрузки, сверху цемент накрывают образцом из конструкционного материала и прикладывают нагрузку  $150 \pm 2$  Н перпендикулярно к центру верхнего образца в момент, когда остается 10 секунд до окончания рабочего времени цемента, согласно инструкции изготовителя, далее в случае использования цемента на полимерной основе проводят окончательную полимеризацию в соответствии с инструкцией, через 15 минут после начала приложения нагрузки образец удаляют из нагружающего устройства, опускают его в сосуд с дистиллированной водой и помещают в термостат при температуре  $37 \pm 1$  °С на  $23 \pm 0,5$  ч.

2. Способ определения прочности соединения стоматологического материала для фиксации с твердыми тканями зуба и конструкционным материалом несъемных зубных протезов по п.1, отличающийся тем, что образцы подложки из твердых тканей зуба готовят с использованием устройства цилиндрической формы, внутренний диаметр которой равен 15 мм, а высота - 30 мм, с расположенным внутри формы выталкивателем, выполненным с возможностью перемещения выталкивателя вверх-вниз.

3. Приспособление для определения прочности соединения стоматологического материала для фиксации с твердыми тканями зуба и конструкционным материалом несъемных зубных протезов, состоящее из верхней и нижней части, каждая из которых закрепляется в соответствующем зажиме испытательной машины Инстрон, отличающееся тем, что верхняя часть приспособления выполнена в виде пластины, толщина которой не меньше высоты подложки образца адгезионного соединения, указанная пластина содержит отверстие для размещения подложки образца адгезионного соединения и снабжена двумя винтовыми зажимами для его фиксации в этом отверстии, а нижняя часть приспособления выполнена в виде продолговатой пластины, толщиной не меньше 3 мм, при этом один конец пластины выполнен с возможностью закрепления в нижнем зажиме испытательной машины, а противоположный ему конец пластины, передающий нагрузку на испытуемый материал адгезионного соединения, выполнен закругленным.

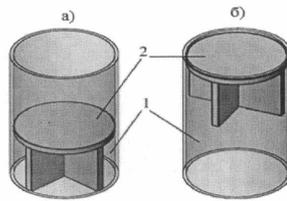
30

35

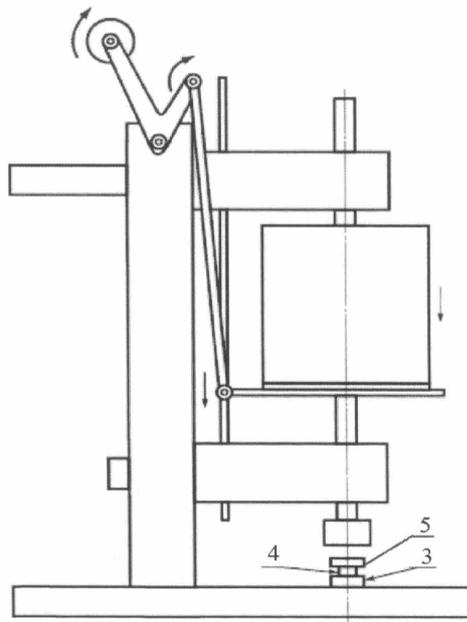
40

45

1

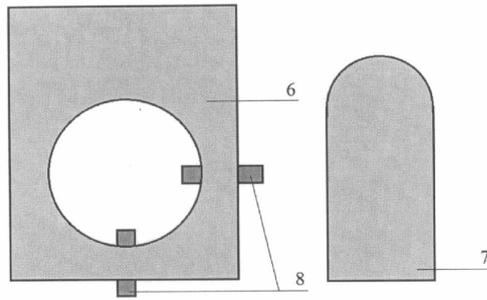


Фиг. 1

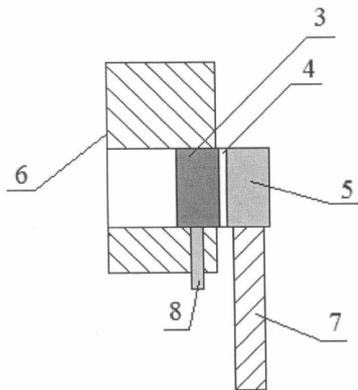


Фиг. 2

2



Фиг. 3



Фиг. 4