



(12) FASCICULE DE BREVET

(11) N° de publication : **MA 34033 B1** (51) Cl. internationale : **A61F 2/28**

(43) Date de publication :
05.03.2013

(21) N° Dépôt :
33926

(22) Date de Dépôt :
09.06.2011

(71) Demandeur(s) :
UNIVERSITE MOHAMMED PREMIER, Bd Mohammed VI, BI 524,60000 oujda (MA)

(72) Inventeur(s) :
MEJDOUBI ELMILOUD ; LAMHAMID ABDELLATIF ; ELBALI BRAHIM

(54) Titre : **NOUVEAU PROCEDE DE SYNTHESE D'UNE APATITE OXYGENEE, DESTINEE A L'OBTURATION DES CANAUX DENTAIRES**

(57) Abrégé : LA PRÉSENTE INVENTION CONSISTE À ÉLABORER UNE APATITE OXYGÉNÉE À USAGES ODONTOLOGIQUES. LE PROCÉDÉ DE SYNTHÈSE EST UNE ATTAQUE PAR HYDROLYSE EN MILIEU AMMONIACAL BASIQUE, D_i UN PHOSPHATE DICALCIQUE, DANS UNE SOLUTION DE PEROXYDE D_iHYDROGÈNE. LE PH DU MILIEU DE SYNTHÈSE CONDITIONNE LA CINÉTIQUE DES RÉACTIONS CHIMIQUES, AINSI QUE LA NATURE ET LA PURETÉ DU PRODUIT FINAL. L'APATITE OXYGÉNÉE DE GRANDE PURETÉ EST LYOPHILISÉE JUSTE APRÈS FILTRATION ET LAVAGE, PUIS CHAUFFÉE PENDANT 2 HEURES À UNE TEMPÉRATURE DE 300 C°.

34033
05 MARS 2013

**Nouveau procédé de synthèse d'une apatite oxygénée, destinée
à l'obturation des canaux dentaires.**

Abrégé

La présente invention consiste à élaborer une apatite oxygénée à usages odontologiques. Le procédé de synthèse est une attaque par hydrolyse en milieu ammoniacal basique, d'un phosphate dicalcique, dans une solution de peroxyde d'hydrogène.

Le pH du milieu de synthèse conditionne la cinétique des réactions chimiques, ainsi que la nature et la pureté du produit final.

L'apatite oxygénée de grande pureté est lyophilisée juste après filtration et lavage, puis chauffée pendant 2 heures à une température de 300 °C.

**Nouveau procédé de synthèse d'une apatite oxygénée, destinée
à l'obturation des canaux dentaires.**

L'apatite oxygénée est un phosphate de calcium très proche, par sa composition et sa structure chimique, de la partie minérale de l'os. Elle est biocompatible, ostéoinductrice et ostéoconductrice. Elle possède en plus une vitesse de résorption voisine de celle de la néoformation osseuse. Au cours de la résorption de ce biomatériau, l'oxygène moléculaire est libéré. Ce dernier pourrait jouer dans ce cas un rôle destructif des bactéries anaérobies. La similitude de la structure de l'apatite oxygénée à celle de la phase minérale de l'os pourrait induire le scellement du canal dentaire, au niveau de la partie osseuse adjacente à ce dernier. Ce qui permettrait une fermeture naturelle du canal de la racine dentaire (ce qui n'est pas le cas pour les ciments traditionnels à base d'oxydes).

La nouvelle méthode de synthèse de l'apatite oxygénée est réalisée en hydrolysant la brushite ou la monétite, dans des conditions de pH bien étudiées. L'hydrolyse conduit à une apatite qui renferme de l'oxygène moléculaire. Cette méthode permet d'éviter toutes impuretés dans l'apatite oxygénée, telles que les chlorures ou la chaux.

L'apatite oxygénée ainsi élaborée peut être utilisée seule, pour la préparation des pâtes canalaires molles, ou mélangée avec un ciment phosphocalcique apatitique.

L'originalité de ce travail consiste en ce que l'hydrolyse de la brushite met en jeu un seul phosphate de calcium, et cela évite toute impureté du produit final.

Exemples :

1- Préparation d'une apatite oxygénée de grande pureté :

Soit 50 ml d'une solution d'eau oxygénée à 110 volumes, dans laquelle on verse une autre solution d'ammoniaque jusqu'à pH égal à 10.5. On introduit ensuite 10 g de brushite dans le mélange. Après 72 heures de maturation, la solution est filtrée puis lavée et lyophilisée. La poudre est ensuite chauffée à 300°C pendant 2 heures. On obtient ainsi une apatite oxygénée avec un taux d'oxygène moléculaire de 0.14 % en mole.

2- Préparation d'une pâte canalair molle :

Dans un verre de montre on verse quelques gouttes de glycérine. La poudre d'apatite oxygénée est versée lentement sur la glycérine. Après malaxage la pâte devient molle. On continue à ajouter la poudre d'apatite sans ajouter la glycérine. Puis on reprend le malaxage et la pâte devient de plus en plus molle. On ajoute davantage l'apatite oxygénée sans ajouter la glycérine, pour avoir un maximum de poudre dans la pâte mais sans perdre la maniabilité de celle-ci.

3- Préparation d'une pâte canalair dure :

On mélange 0.5 g d'apatite oxygénée, 1 g de phosphate tétracalcique et 0.46 g de brushite. Après broyage rigoureux, la poudre constitue un ciment qui, en présence d'une quantité mesurée d'eau distillée, fait prise en évoluant vers une phase unique apatitique qui comprend de l'oxygène moléculaire.

Revendications :

- 1- Procédé de préparation d'une apatite oxygénée caractérisé en ce qu'on introduit la brushite (ou la monétite) dans une solution de peroxyde d'oxygène.
- 2- Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que le rapport entre la poudre introduite et la solution est de 1 gramme pour 10 cm³ de solution.
- 3- Procédé selon l'une des revendications 1 et 2 caractérisé en ce que la concentration de la solution de peroxyde d'oxygène est comprise entre 30% (110 volumes) et 10 %.
- 4- Procédé selon l'une des revendications 1, 2 et 3 caractérisé en ce qu'on ajoute une solution d'ammoniaque dans le milieu réactionnel, jusqu'au pH désiré.
- 5- Procédé selon l'une des revendications 1 à 4 caractérisé en ce que le pH de la solution est gardé constant à la valeur de 10, et en aucun cas il ne doit pas être inférieur à 9.5 ni supérieur à 10.5.
- 6- Procédé selon l'une des revendications 1 à 5 caractérisé en ce que la solution d'ammoniaque peut être remplacée par toutes autres solutions basiques telles que la soude, la potasse etc.
- 7- Procédé selon l'une des revendications 1 à 6 caractérisé en ce que la brushite est laissée dans la solution mère pendant 72 heures, avant filtration et lavage.
- 8- Procédé selon l'une des revendications 1 à 7 caractérisé en ce que l'apatite oxygénée est lyophilisée juste après filtration.
- 9- Procédé selon l'une des revendications 1 à 8 caractérisé en ce que la poudre de l'apatite oxygénée lyophilisée est chauffée à une température de 300 °C pendant deux heures.
- 10- Application selon l'une des revendications 1 à 9 dans laquelle on mélange la poudre de l'apatite oxygénée avec la glycérine, pour préparer une pâte molle, destinée au comblement des canaux dentaires.
- 11- Application selon l'une des revendications 1 à 9 dans laquelle on mélange la poudre de l'apatite oxygénée avec un ciment phosphocalcique apatitique, pour la préparation des pâtes canalaires dures.

- 12- Set caractérisé en ce qu'il comprend, dans le cas des pâtes canalaires dures, une partie solide du ciment oxygéné, sous forme de gélules, et une partie liquide de gâchage du ciment. Les deux parties du ciment sont conditionnées de façon stérile.
- 13- Set caractérisé en ce qu'il comprend, dans le cas des pâtes canalaires molles, une seringue qui contient la pâte canalairé stérilisé.