



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS
ESPAÑA



⑪ Número de publicación: **2 541 627**

⑮ Int. Cl.:

C03C 10/12 (2006.01)
C03C 3/095 (2006.01)
A61K 6/027 (2006.01)

⑫

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

⑯ Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.07.2011 E 11173131 (1)**

⑰ Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.05.2015 EP 2407439**

④ Título: **Procedimiento para la fabricación de restauraciones dentales**

⑩ Prioridad:

07.07.2010 EP 10168792
18.04.2011 EP 11162840

⑤ Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

22.07.2015

⑬ Titular/es:

IVOCLAR VIVADENT AG (100.0%)
Bendererstrasse 2
9494 Schaan, LI

⑭ Inventor/es:

RITZBERGER, CHRISTIAN;
HÖLAND, WOLFRAM;
SCHWEIGER, MARCEL y
RHEINBERGER, VOLKER

⑮ Agente/Representante:

CURELL AGUILÁ, Mireia

ES 2 541 627 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la fabricación de restauraciones dentales.

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la fabricación de restauraciones dentales, en el que se utilizan cerámicas de vidrio y vidrios de silicato de litio con alto contenido de un elemento de alto número atómico.

10 Las cerámicas de vidrio de silicato de litio se distinguen por muy buenas propiedades mecánicas, por lo cual se utilizan desde hace mucho tiempo en el sector dental y allí especialmente para la fabricación de coronas dentales y puentes pequeños. Normalmente, las cerámicas de vidrio conocidas de silicato de litio contienen, en calidad de componentes principales, SiO_2 , Li_2O , Al_2O_3 , óxidos de metales alcalinos tales como Na_2O o K_2O y agentes nucleadores tal como P_2O_5 . Además de éstos, pueden contener, como componentes adicionales, otros óxidos de metales alcalinos y/o óxidos de metales alcalinotérreos y/o ZnO . Se conocen también cerámicas de vidrio que contienen otros óxidos metálicos y, en particular, óxidos metálicos colorantes y fluorescentes en pequeñas cantidades.

15 El documento EP 1 505 041 describe cerámicas de vidrio de silicato de litio que pueden contener adicionalmente un 0 a un 2% en peso de ZrO_2 así como un 0,5 a un 7,5% en peso y en particular un 0,5 a un 3,5% en peso de óxidos metálicos colorantes y fluorescentes. El documento EP 1 688 398 describe cerámicas de vidrio de silicato de litio similares que esencialmente están libres de ZnO y pueden contener, además de óxidos metálicos colorantes y fluorescentes en las cantidades citadas anteriormente, también un 0 a un 4% en peso de ZrO_2 , prefiriéndose, sin embargo, cantidades más bajas comprendidas entre un 0 y un 2% en peso de ZrO_2 , con el fin de conseguir altas resistencias. Las cerámicas de vidrio son procesadas en particular en forma de cerámicas de vidrio de metasilicato de litio por medio de procedimientos CAD/CAM para formar las restauraciones dentales deseadas, realizándose la conversión de la fase de metasilicato en la fase de disilicato de alta resistencia por medio de un tratamiento térmico ulterior.

20 El documento US 6,455,451 se refiere a cerámicas de vidrio de disilicato de litio que pueden contener, además de otros componentes, también óxidos de metales de transición. Allí se propone, entre otras cosas, adicionar pequeñas cantidades de metales pesados tales como Sr, Y, Nb, Cs, Ba, Ta, Ce, Eu o Tb, para aumentar el índice de refracción de la matriz de vidrio. Así, por ejemplo, CeO_2 y Tb_2O_7 pueden utilizarse en cantidades comprendidas entre un 0 y un 1% en peso, Nb_2O_3 y Ta_2O_5 en cantidades comprendidas entre un 0 y un 2% en peso, y ZrO_2 y Y_2O_3 en cantidades comprendidas entre un 0 y un 3% en peso. En una forma de realización, se mantiene que Ta_2O_5 puede estar presente en una cantidad comprendida entre un 0,5 y un 8% en peso, pero los ejemplos concretos sólo presentan un 2,02% en peso de dichos óxidos, como máximo.

25 Las patentes US nº 5.176.0961 y US nº 5.219.799 se refieren a cerámicas de vidrio, por ejemplo para la fabricación de vajillas, que pueden contener óxidos de metales de transición determinados como colorantes, tales como CeO_2 , Co_3O_4 , Cr_2O_3 , CuO , Fe_2O_3 , MnO_2 , NiO y V_2O_5 , en una cantidad comprendida entre un 0,01 y un 7% en peso.

30 40 Las patentes US nº 5.507.981 y US nº 5.702.514 describen procedimientos para el conformado de restauraciones dentales y cerámicas de vidrio que pueden utilizarse en dichos procedimientos. Se trata en particular de cerámicas de vidrio de disilicato de litio que pueden contener un 0 a un 5% en peso de óxidos colorantes tales como SnO_2 , MnO , CeO , Fe_2O_3 , Ni_2O , V_2O_3 , Cr_2O_3 o TiO_2 .

45 50 55 Las cerámicas de vidrio conocidas a base de silicato de litio presentan a menudo propiedades ópticas que no satisfacen de forma suficiente los requerimientos estéticos, en particular en conexión con su utilización como materiales dentales. Así, las cerámicas de vidrio conocidas presentan a menudo un índice de refracción desfavorable. Las cerámicas de vidrio adolecen en particular del problema de que los índices de refracción de la fase cristalina y de la fase vítreo son demasiado distintos el uno del otro, lo cual da lugar en la mayoría de los casos a un enturbiamiento no deseado de la cerámica de vidrio. Problemas similares existen por ejemplo en el caso de compuestos, puesto que los índices de refracción de las cerámicas de vidrio y vidrios conocidos son distintos de los de la fase polimérica. Por tanto, existe una demanda de cerámicas de vidrio a base de silicato de litio cuyo índice de refracción puede variarse de forma sencilla, pero sin por ello perjudicar sustancialmente las demás propiedades. Además, es deseable poder preparar y cristalizar las cerámicas de vidrio de este tipo en condiciones comparables a las de cerámicas de vidrio convencionales y preparar a partir de las mismas ventajosamente restauraciones dentales tales como *inlays* (incrustaciones) o coronas.

60 65 El objetivo de la invención es proporcionar procedimientos para la fabricación de restauraciones dentales para los cuales puedan utilizarse cerámicas de vidrio y/o vidrios que eviten los inconvenientes descritos anteriormente y puedan procesarse ventajosamente para formar las restauraciones deseadas en cada caso.

Dicho objetivo se consigue por medio del procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11. La invención se refiere también a la utilización según la reivindicación 12.

65 El procedimiento según la invención para la fabricación de restauraciones dentales se distingue por el hecho de que

una cerámica de vidrio de silicato de litio o un vidrio de silicato de litio está conformada por

- (i) prensado o
- (ii) mecanizado

5 para formar una restauración dental, conteniendo la cerámica de vidrio y el vidrio entre un 54,0 y un 80,0% en peso de SiO_2 y por lo menos un 8,5% en peso de óxido de un metal de transición seleccionado de entre el grupo constituido por óxidos de ytrio, óxidos de metales de transición con un número atómico comprendido entre 41 y 79 y mezclas de dichos óxidos.

10 Las restauraciones dentales así preparadas son preferentemente *inlays*, *onlays* (incrustaciones), coronas, carillas estéticas, carillas o pilares.

15 Preferentemente, se excluyen las restauraciones dentales que constituyen un compuesto en el que la cerámica de óxido de zirconio se ha recubierto con la cerámica de vidrio de silicato de litio o con el vidrio de silicato de litio. De forma particularmente preferida, se excluyen las restauraciones dentales que comprenden un compuesto de este tipo.

20 Según la invención, la restauración dental es a base de una cerámica de vidrio de disilicato de litio, puesto que la misma dispone de excelentes propiedades ópticas y mecánicas.

La cerámica de vidrio y el vidrio se utilizan en el procedimiento según la invención preferentemente en forma de piezas en bruto tales como bloques o cilindros.

25 El prensado o el mecanizado de la cerámica de vidrio o del vidrio le confiere a la misma la forma de la restauración dental deseada. Preferentemente, el prensado no comprende su prensado sobre otro material, tal como por ejemplo una cerámica de óxido de zirconio. Un prensado de este tipo sirve para recubrir dicho otro material.

30 Normalmente, el prensado se realiza a temperatura y presión elevadas. Se prefiere realizar el prensado a una temperatura comprendida entre 700 y 1200°C. Además, se prefiere realizar el procedimiento a una presión comprendida entre 2 y 10 bar. Debido a la fluencia viscosa del material utilizado durante el prensado, se produce un cambio de forma.

35 Normalmente, el mecanizado se realiza por medio de procedimientos de remoción de material y en particular por medio de fresado y/o rectificación. Se prefiere en particular realizar el mecanizado como parte de un procedimiento CAD/CAM. Además, después del mecanizado, se prefiere llevar a cabo un tratamiento térmico, con el fin de convertir el vidrio conformado o la cerámica de vidrio conformada en una cerámica de vidrio de disilicato de litio.

40 La cerámica de vidrio de silicato de litio utilizada según la invención se distingue por el hecho de que contiene por lo menos un 8,5% en peso de un óxido de un metal de transición seleccionado de entre el grupo constituido por óxidos de ytrio, óxidos de metales de transición con un número atómico comprendido entre 41 y 79 y mezclas de dichos óxidos.

45 Por lo general, se prefiere que el óxido de un metal de transición como componente de la cerámica de vidrio utilizada según la invención o del vidrio utilizado según la invención no provoque sustancialmente ningún cambio de color frente a una cerámica de vidrio correspondiente o de un vidrio correspondiente sin adición de dicho componente. En particular, el óxido del metal de transición debería ser incoloro y/o no fluorescente.

50 Preferentemente, el óxido del metal de transición se ha seleccionado de entre el grupo constituido por óxidos de Y, Nb, La, Ta, W y mezclas de dichos óxidos.

55 Se prefieren las cerámicas de vidrio que contienen entre un 8,5 y un 30,0% en peso, preferentemente entre un 9,0 y un 25,0% en peso, en particular entre un 9,5 y un 20,0% en peso, preferentemente entre un 10,0 y un 18,0% en peso, más preferentemente entre un 10,5 y un 16,0% en peso y de forma más preferida entre un 11,0 y un 15,0% en peso, de un óxido de un metal de transición seleccionado de uno o más de los grupos citados anteriormente.

60 Sorprendentemente, la utilización del alto contenido según la invención del óxido de un metal de transición con un alto número atómico permite ajustar sencillamente el índice de refracción de cerámicas de vidrio y de vidrios, sin por ello perjudicar sustancialmente otras propiedades. En particular, se ha demostrado inesperadamente que el alto contenido del metal de transición de alto número atómico ni impide regularmente la cristalización deseada de disilicato de litio ni da lugar a la formación de fases cristalinas secundarias no deseadas, por lo cual según la invención se obtienen cerámicas de vidrio con excelentes propiedades ópticas y mecánicas.

65 Además, se prefiere una cerámica de vidrio que contiene entre un 60,0 y un 70,0% en peso de SiO_2 .

Además, se prefiere una cerámica de vidrio que contiene entre un 11,0 y un 19,0 y en particular entre un 12,0 y un

15,0% en peso de Li_2O .

- 5 Resulta particularmente ventajoso si la cerámica de vidrio contiene entre un 0,5 y un 12,0 y en particular entre un 2,5 y un 6,0% en peso de un agente nucleador. Los agentes nucleadores preferidos se han seleccionado de entre el grupo constituido por P_2O_5 , TiO_2 , metales, por ejemplo Pt, Pd, Au, Ag o mezclas de los mismos. De forma particularmente preferida, la cerámica de vidrio contiene P_2O_5 como agente nucleador. Sorprendentemente, en particular P_2O_5 como agente nucleador provoca la formación de los cristales de disilicato de litio deseados y evita por otro lado mayoritariamente la formación de fases cristalinas secundarias no deseadas.
- 10 La cerámica de vidrio utilizada según la invención contiene preferentemente un óxido de un metal alcalino adicional en una cantidad comprendida entre un 0,5 y un 13,0, preferentemente entre un 1,0 y un 7,0, y de forma particularmente preferida entre un 2,0 y un 5,0 % en peso. El término "óxido de un metal alcalino adicional" denomina un óxido de un metal alcalino con la excepción de Li_2O . El óxido de un metal alcalino adicional es en particular K_2O , Cs_2O y/o Rb_2O y de forma particularmente preferida K_2O . Se supone que la utilización de K_2O frente al Na_2O normalmente utilizado en las cerámicas de vidrio convencionales contribuye al reforzamiento de la red vítrea. Es preferido que la cerámica de vidrio contenga menos de un 2,0, en particular menos de un 1,0, preferentemente menos de un 0,5% en peso y de forma particularmente preferida sustancialmente que no contenga ninguno Na_2O .
- 15 20 Además, es preferido que la cerámica de vidrio contenga hasta un 6,0% en peso y en particular entre un 0,1 y un 5,0% en peso de un óxido de un metal alcalinotérreo, siendo el óxido de un metal alcalinotérreo en particular CaO , BaO , MgO , SrO o una mezcla de los mismos.
- 25 25 Además, es preferido que la cerámica de vidrio contenga hasta un 6,0% en peso y en particular entre un 0,1 y un 5,0% en peso de ZnO .
- 30 Además de esto, la cerámica de vidrio utilizada según la invención puede contener componentes adicionales que se han seleccionado en particular de óxidos de elementos trivalentes, óxidos de elementos tetravalentes adicionales, óxidos de elementos pentavalentes adicionales, aceleradores de fusión, colorantes y fluorescentes.
- 35 35 Se prefiere una cerámica de vidrio que contiene entre un 0,2 y un 8,0, en particular entre un 1,0 y un 7,0 y preferentemente entre un 2,5 y un 3,5% en peso de un óxido de elementos trivalentes, estando seleccionado dicho óxido en particular del grupo constituido por Al_2O_3 , Bi_2O_3 y mezclas de los mismos y siendo en particular Al_2O_3 .
- 40 40 El término "óxidos de elementos tetravalentes adicionales" denomina óxidos de elementos tetravalentes con la excepción de SiO_2 . Entre los ejemplos de óxidos de elementos tetravalentes adicionales, se incluyen ZrO_2 , SnO_2 y GeO_2 y en particular ZrO_2 .
- 45 El término "óxidos de elementos pentavalentes adicionales" denomina óxidos de elementos pentavalentes adicionales con la excepción de P_2O_5 . Un ejemplo de un óxido de elementos pentavalentes adicional es Bi_2O_5 .
- 50 Se prefiere una cerámica de vidrio que contiene por lo menos un óxido de elementos tetravalentes o un óxido de elementos pentavalentes adicional.
- 45 Entre los ejemplos de aceleradores de fusión, se incluyen fluoruros.
- Entre los ejemplos de colorantes y fluorescentes, se incluyen óxidos colorantes o fluorescentes de los elementos d y f, tales como por ejemplo los óxidos de Sc, Ti, Mn, Fe, Ag, Ce, Pr, Tb, Er y Yb, en particular Ti, Mn, Fe, Ag, Ce, Pr, Tb y Er.
- 50 Se prefiere en particular una cerámica de vidrio que contiene por lo menos uno y preferentemente todos de los siguientes componentes:

Componente	% en peso
SiO_2	54,0 a 80,0, en particular 60,0 a 70,0
Li_2O	11,0 a 19,0, en particular 12,0 a 15,0
K_2O	0,5 a 13,5, en particular 1,0 a 7,0
Al_2O_3	0,2 a 8,0, en particular 1,0 a 7,0
Óxido alcalinotérreo	0 a 6,0, en particular 0,1 a 5,0
ZnO	0 a 6,0, en particular 0,1 a 5,0
Óxido de un metal de transición	8,5 a 30,0, en particular 9,0 a 25,0
P_2O_5	0,5 a 12,0, en particular 2,5 a 6,0
ZrO_2	0,1 a 4,0, en particular 0,5 a 2,0
Colorantes y fluorescentes	0,1 a 8,0, en particular 0,2 a 2,0

El término "fase cristalina principal" utilizado a continuación denomina la fase cristalina que presenta el mayor porcentaje en volumen, relativo a las otras fases cristalinas.

- 5 Preferentemente, la cerámica de vidrio utilizada según la invención presenta metasilicato de litio como fase cristalina principal. En particular, la cerámica de vidrio contiene más de un 5% en volumen, preferentemente más de un 10% en volumen y de forma particularmente preferida más de un 15% en volumen, de cristales de metasilicato de litio, relativo a la cerámica de vidrio entera.
- 10 En otra forma de realización preferida, la cerámica de vidrio presenta disilicato de litio como fase cristalina principal. En particular, la cerámica de vidrio contiene más de un 5% en volumen, preferentemente más de un 10% en volumen y de forma particularmente preferida más de un 15% en volumen, de cristales de disilicato de litio, relativo a la cerámica de vidrio entera.
- 15 La cerámica de vidrio de disilicato de litio utilizada según la invención se distingue en particular por sus propiedades mecánicas particularmente buenas y puede prepararse por tratamiento térmico de la cerámica de vidrio de metasilicato de litio utilizada según la invención. Esto puede realizarse por ejemplo también como parte de un prensado según la invención a temperatura elevada para formar la restauración dental deseada.
- 20 También es sorprendente que la cerámica de vidrio de disilicato de litio utilizada según la invención presente regularmente una buena translucidez a pesar de su alto contenido de un óxido de un metal de transición con un alto número atómico y que no ocurra ninguna separación de fases amorfa-amorfa en ella.
- 25 La cerámica de vidrio de disilicato de litio utilizada según la invención presenta también una alta resistencia química, además de sus buenas propiedades mecánicas.
- 30 En el procedimiento según la invención, puede utilizarse también vidrio de silicato de litio que contiene los componentes de la cerámica de vidrio según la invención descrita anteriormente. Con relación a las formas de realización preferidas de dicho vidrio, se hace referencia a las formas de realización preferidas descritas anteriormente de la cerámica de vidrio según la invención. Sorprendentemente, se ha hallado que a pesar de su alto contenido de un óxido de un metal de transición con un alto número atómico se obtienen vidrios claros homogéneos que no muestran fenómenos no deseados tales como separación de fases amorfa-amorfa o cristalización espontánea. Dichos vidrios son aptos para la fabricación de la cerámica de vidrio utilizada según la invención por tratamiento térmico.
- 35 Se prefiere en particular un vidrio de silicato de litio con núcleos que son aptos para formar cristales de metasilicato de litio y/o de disilicato de litio.
- 40 El vidrio con núcleos utilizado según la invención puede producirse por tratamiento térmico de un vidrio de partida de composición adecuada. En este caso, un tratamiento térmico adicional permite formar la cerámica de vidrio de metasilicato de litio según la invención, que a su vez puede transformarse en la cerámica de vidrio de disilicato de litio según la invención por medio de un tratamiento térmico adicional. Por tanto, el vidrio de partida, el vidrio con núcleos y la cerámica de vidrio de metasilicato de litio pueden considerarse como precursores de la cerámica de vidrio de disilicato de litio de alta resistencia. Los tratamientos térmicos necesarios para transformar la cerámica de vidrio de metasilicato de litio pueden llevarse a cabo también como parte del prensado a temperatura elevada. Esto conduciría a que el prensado no sólo causara la formación de la restauración dental deseada a partir del vidrio o de la cerámica de vidrio utilizado, sino también diera lugar a su transformación, por ejemplo la transformación del vidrio con núcleos en la cerámica de vidrio o de la cerámica de vidrio de metasilicato de litio en la cerámica de vidrio de disilicato de litio.
- 45
- 50 Normalmente los vidrios y cerámicas de vidrio están presentes en forma de piezas en bruto, puesto que pueden procesarse fácilmente en dicha forma como parte del procedimiento según la invención.
- 55 El procedimiento para la fabricación de la cerámica de vidrio utilizada según la invención y del vidrio con núcleos utilizado según la invención se distingue por el hecho de que un vidrio de partida junto con los componentes de la cerámica de vidrio o del vidrio se somete a por lo menos un tratamiento térmico en el intervalo entre 450 y 950°C.
- 60 Por tanto, el vidrio de partida contiene por lo menos un 8,5% en peso de un óxido de por lo menos un metal de transición tal como se ha definido anteriormente. Además de esto, preferentemente contiene también cantidades adecuadas de SiO_2 y Li_2O , con el fin de permitir la formación de una cerámica de vidrio de silicato de litio. Además, el vidrio de partida puede contener también otros componentes, tales como los que se han citado anteriormente para la cerámica de vidrio de silicato de litio utilizada según la invención. Se prefieren aquellas formas de realización que han sido citadas como preferidas también para la cerámica de vidrio.
- 65 Para preparar el vidrio de partida, el procedimiento es en particular tal que una mezcla de materiales de partida aptos, tales como por ejemplo carbonatos, óxidos, fosfatos y fluoruros, se funden a temperaturas comprendidas en particular entre 1300 y 1600°C, preferentemente entre 1450 y 1500°C, durante 2 a 10 horas. Para conseguir una

homogeneidad particularmente alta, la masa fundida de vidrio obtenida se vierte en agua, con el fin de formar un granulado de vidrio, y, a continuación, el granulado obtenido se vuelve a fundir.

A continuación, la masa fundida puede verterse en moldes para producir piezas en bruto del vidrio de partida, denominadas piezas en bruto de vidrio macizo o piezas en bruto monolíticas. Preferentemente, el enfriamiento se lleva a cabo a partir de una temperatura de 500°C a una velocidad de enfriamiento comprendida entre 3 y 5 K/min hasta temperatura ambiente. Esto es ventajoso en particular también para producir productos de vidrio libres de tensión.

10 También es posible volver a verter la masa fundida en agua para preparar un granulado. A continuación, dicho granulado puede prensarse, después de haberlo molido y haber adicionado componentes adicionales, tales como colorantes y fluorescentes, para formar una pieza en bruto, denominada pieza prensada de polvo.

15 Finalmente, el vidrio de partida, tras ser granulado, puede transformarse también en un polvo.

20 A continuación, el vidrio de partida, por ejemplo en forma de una pieza en bruto de vidrio macizo, de una pieza prensada de polvo o en forma de un polvo, se somete a por lo menos un tratamiento térmico en el intervalo entre 450 y 950°C. Se prefiere realizar, en primer lugar a una temperatura comprendida entre 500 y 600°C, un primer tratamiento térmico, con el fin de preparar un vidrio con núcleos que son aptos para formar cristales de metasilicato de litio o de disilicato de litio. A continuación, dicho vidrio puede someterse preferentemente a por lo menos un tratamiento térmico adicional a una temperatura más alta y en particular a más de 570°C, para efectuar la cristalización de metasilicato de litio o de disilicato de litio.

25 Dicho tratamiento térmico, del cual hay por lo menos uno, puede llevarse a cabo también como parte del procedimiento según la invención durante el prensado a temperatura elevada. Igualmente es posible transformar el vidrio utilizado o la cerámica de vidrio utilizada, después de su mecanizado, por medio de dicho tratamiento térmico y en particular transformarlo en una cerámica de vidrio de disilicato de litio de alta resistencia.

30 A partir de la cerámica de vidrio utilizada según la invención y del vidrio utilizado según la invención, pueden prepararse restauraciones dentales, tales como *inlays*, *onlays*, coronas, carillas estéticas, carillas o pilares. Por tanto, la invención se refiere también a su utilización para preparar restauraciones dentales. Se prefiere que la cerámica de vidrio o el vidrio se conforme por prensado o mecanizado para dar la restauración dental deseada. Normalmente, el prensado se lleva a cabo a presión elevada, por ejemplo entre 2 y 10 bar, y temperatura elevada, entre 700 y 1200°C. A tal fin, pueden utilizarse en particular los procedimientos descritos en el documento EP 231

35 773 y el horno para cerámica prensada conocido de dicho documento. Un horno adecuado es por ejemplo el Programat EP 5000 de Ivoclar Vivadent AG, Liechtenstein. Para el prensado, pueden utilizarse sobre todo el vidrio de partida según la invención y en particular el vidrio con núcleos según la invención, la cerámica de vidrio de metasilicato de litio según la invención y la cerámica de vidrio de disilicato de litio según la invención de forma adecuada, por ejemplo en forma de piezas en bruto.

40 El mecanizado se lleva a cabo normalmente como parte de un procedimiento CAD/CAM, utilizando en particular la cerámica de vidrio de metasilicato de litio según la invención y la cerámica de vidrio de disilicato de litio según la invención, preferentemente en forma de piezas en bruto aptas. El mecanizado se lleva a cabo en particular por medio de procedimientos de remoción de material, tales como el fresado y/o la rectificación.

45 Después de la fabricación de la restauración dental conformada de forma deseada por prensado o mecanizado, la misma puede someterse adicionalmente a un tratamiento térmico, con el fin de transformar los precursores utilizados, tales como el vidrio de partida, el vidrio con núcleos o la cerámica de vidrio de metasilicato de litio, en la cerámica de vidrio de disilicato de litio.

50 Finalmente, los vidrios y cerámicas de vidrio utilizados según la invención pueden mezclarse también con otros vidrios y cerámicas de vidrio, con el fin de producir materiales dentales con propiedades ajustadas de forma deseada. Por tanto, la invención se refiere también a un vidrio o una cerámica de vidrio que contiene el vidrio según la invención o la cerámica de vidrio según la invención. Por tanto, el vidrio según la invención o la cerámica de vidrio

55 según la invención puede utilizarse en particular como componente principal de un compuesto inorgánico/inorgánico o en combinación con una multitud de otros vidrios y/o cerámicas de vidrio, pudiendo utilizarse los compuestos o combinaciones en particular como materiales dentales. De forma particularmente preferida, las combinaciones o compuestos pueden estar presentes en forma de piezas en bruto sinterizadas. Ejemplos de otros vidrios o cerámicas de vidrio para la fabricación de compuestos inorgánicos/inorgánicos y de combinaciones se conocen por los documentos DE 43 14 817, DE 44 23 793, DE 44 23 794, DE 44 28 839, DE 196 47 739, DE 197 25 552 y DE 100

60 31 431. Dichos vidrios y cerámicas de vidrio pertenecen a los grupos de silicatos, boratos, fosfatos o aluminosilicatos. Los vidrios y cerámicas de vidrio preferidos son del tipo $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-K}_2\text{O}$ (con cristales de leucita cúbicos o tetrágonos), del tipo $\text{SiO}_2\text{-B}_2\text{O}_3\text{-Na}_2\text{O}$, del tipo álcali-silicato, del tipo álcali-zinc-silicato, del tipo silico-fosfato y/o del tipo $\text{SiO}_2\text{-ZrO}_2$. Mezclando vidrios o cerámicas de vidrio de este tipo con los vidrios y/o cerámicas de vidrio según la invención permite ajustar por ejemplo el coeficiente de expansión térmica en un amplio intervalo comprendido entre

65 6 y $20 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ de forma deseada.

A continuación, la invención se ilustrará con mayor detalle haciendo referencia a ejemplos.

Ejemplos

5

Ejemplos 1 a 10 – Composición y fases cristalinas

10 Se prepararon un total de 10 vidrios y cerámicas de vidrio de las composiciones indicadas en la Tabla 1 (cada una en % en peso) por fundición de vidrios de partida adecuados, seguida de un tratamiento térmico para la formación de núcleos y cristalización controladas.

15 En primer lugar, los vidrios de partida se fundieron a una escala de 100 a 200 g a partir de materias primas convencionales a una temperatura comprendida entre 1400 y 1500°C y se transformaron en fritas de vidrio vertiéndolos en agua. Para su homogeneización, dichas fritas de vidrio se fundieron una segunda vez a una temperatura comprendida entre 1450 y 1550°C durante 1 a 3 h. Las masas fundidas de vidrio obtenidas se vertieron en moldes precalentados para la producción de monolitos de vidrio. Dichos monolitos de vidrio se transformaron en vidrios y cerámicas de vidrio según la invención por tratamiento térmico.

20 Las fases cristalinas obtenidas tras finalizar todos los tratamientos térmicos se determinaron por difracción de rayos X de alta temperatura (HT-XRD) a las temperaturas indicadas en la Tabla I. Sorprendentemente, se obtuvieron siempre cerámicas de vidrio con disilicato de litio como fase cristalina principal. A pesar del alto contenido en metales de transición de alto número atómico, no se encontraron fases cristalinas secundarias con dichos metales de transición.

25 Finalmente, se determinaron los índices de refracción para cada fase vítreo por medio del refractómetro de Abbe (20°C, 589 nm). Se halló que las cerámicas de vidrio según la invención presentaban un índice de refracción claramente más alto que la cerámica de vidrio de comparación.

Tabla I

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
SiO ₂	67,4	58,4	66,4	63,5	67,0	61,8	66,4	66,4	61,8	54,5
K ₂ O	3,7	1,0	2,9	2,8	2,9	1,0	2,9	2,9	1,0	0,5
Li ₂ O	14,1	12,1	13,8	13,2	14,4	13,2	13,8	13,8	13,2	11,3
Al ₂ O ₃	3,2	1,0	2,9	2,5		1,0	2,9	2,9	1,0	0,5
P ₂ O ₅	3,1	2,5	4,0	4,0		5,0	4,0	4,0	5,0	3,2
WO ₃	8,5									
Nb ₂ O ₅		10,0								
Ta ₂ O ₅							10,0			
La ₂ O ₃		25,0						10,0		
Y ₂ O ₃			14,0	10,0	18,0				18,0	30,0
CeO ₂					1,0					
Er ₂ O ₃					0,3					
Tb ₄ O ₇					0,4					
Total	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
Fase(s) cristalina(s) HT-XRD	Li ₂ Si ₂ O ₅ Li ₃ PO ₄ (800°C)	Li ₂ Si ₂ O ₅ (800°C)	Li ₂ Si ₂ O ₅ KAlSiO ₄ (820°C)	Li ₂ Si ₂ O ₅ (780°C)	Li ₂ Si ₂ O ₅ Li ₂ SiO ₃ (800°C)	Li ₂ Si ₂ O ₅ (800°C)	Li ₂ Si ₂ O ₅ (800°C)	Li ₂ Si ₂ O ₅ Li ₂ SiO ₃ (700°C)	Li ₂ Si ₂ O ₅ LaPO ₄ (800°C)	Li ₂ Si ₂ O ₅ LaPO ₄ (800°C)
Indice de refracción n _d	1,5312	1,5547	1,5553	1,5494	1,5643	1,5403	1,5422	1,5586		

Ejemplo 11 – Fabricación directa de restauraciones dentales por prensado en caliente o mecanizado (CAD/CAM)

5 (A) Piezas en bruto de vidrio con núcleos

En primer lugar, se prepararon vidrios de la composición según los Ejemplos 7 y 8 mezclando materias primas adecuadas en forma de óxidos y carbonatos en un mezclador Turbula durante 30 min, y la mezcla resultante se fundió en un crisol de platino a 1450°C durante 120 min. Las masas fundidas se vertieron en agua para obtener 10 granulados de vidrio finos. Dichos granulados de vidrio se volvieron a fundir a 1530°C durante 150 min para obtener masas fundidas de vidrio de homogeneidad particularmente alta. La temperatura se redujo a 1500°C durante 30 min, y las masas fundidas se vertieron en moldes de acero o de grafito divisibles precalentados para obtener piezas en bruto de vidrio a) rectangulares (12,5 mm x 14 mm x 40 mm) y b) cilíndricas con un diámetro de 12,5 mm. A 15 continuación, los bloques rectangulares de vidrio o cilindros de vidrio obtenidos se sometieron a un tratamiento térmico en el intervalo comprendido entre 500 y 560°C en función de la composición, para formar núcleos para cristales de metasilicato de litio o de disilicato de litio y relajar el vidrio.

Las piezas en bruto con núcleos obtenidas se transformaron en restauraciones según las siguientes alternativas.

20 (B) Prensado en caliente de vidrio con núcleos, de cerámicas de vidrio de metasilicato de litio o de disilicato de litio.

- i) Los cilindros de vidrio con núcleos (A) se transformaron en restauraciones dentales, tales como *inlays*, *onlays*, carillas estéticas (en alemán, “Veneers”), coronas parciales y coronas, por prensado en caliente a una temperatura de prensado comprendida entre 900 y 950°C, utilizando un horno para cerámica prensada EP600, Ivoclar Vivadent AG. En las restauraciones, era posible comprobar disilicato de litio como fase cristalina principal.
- ii) Los cilindros de vidrio con núcleos (A) se sometieron a una primera cristalización a una temperatura comprendida entre 650 y 750°C durante 20 min. La velocidad de calentamiento era de 15°C por minuto. Despues de esta primera cristalización, era posible comprobar metasilicato de litio como fase cristalina principal. El prensado en caliente de los cilindros de vidrio de metasilicato de litio a una temperatura de prensado comprendida entre 900 y 950°C, utilizando un horno para cerámica prensada EP600, Ivoclar Vivadent AG, permitió preparar restauraciones dentales, tales como *inlays*, *onlays*, carillas estéticas, coronas parciales, coronas y carillas. El prensado en caliente transformó metasilicato de litio en disilicato de litio.
- iii) Despues de una primera cristalización según ii), los cilindros de vidrio con núcleos (A) se sometieron a un tratamiento adicional térmico a una temperatura comprendida entre 840 y 880°C durante 5 a 30 min. El análisis de las fases cristalinas tras este tratamiento mostró una cerámica de vidrio según la invención con disilicato de litio como fase cristalina principal. Los cilindros cristalizados obtenidos despues de la segunda cristalización se transformaron a continuación en restauraciones dentales, tales como *inlays*, *onlays*, carillas estéticas, coronas, coronas parciales y carillas, por medio de un prensado en caliente a una temperatura de prensado comprendida entre 900 y 950°C, utilizando un horno para cerámica prensada EP600, Ivoclar Vivadent AG.

45 (C) Mecanizado (procedimiento CAD/CAM) de metasilicato de litio

En primer lugar, los bloques rectangulares de vidrio con núcleos (A) se sometieron a una primera cristalización según (B) (ii), para efectuar la cristalización de metasilicato de litio. A continuación, a partir de los bloques rectangulares de vidrio de metasilicato de litio obtenidos, se elaboraron a máquina restauraciones dentales, tales como *inlays*, *onlays*, coronas, coronas parciales, carillas y carillas estéticas, por medio de procedimientos del sistema CAD/CAM, por ejemplo Sirona, Cerec 2® o Cerec 3®. A continuación, dichas restauraciones se sometieron a una segunda cristalización a una temperatura comprendida entre 840 y 880°C durante 5 min a 1 h. Tras dicho tratamiento, el análisis de fases cristalinas mostró una cerámica de vidrio según la invención con disilicato de litio como fase cristalina principal.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la fabricación de restauraciones dentales a base de una cerámica de vidrio de disilicato de litio, en el que una cerámica de vidrio de silicato de litio o un vidrio de silicato de litio está conformada por
- 5 (i) prensado o
 (ii) mecanizado
- 10 para formar una restauración dental y en el que la cerámica de vidrio y el vidrio contienen entre un 54,0 y un 80,0% en peso de SiO_2 y por lo menos un 8,5% en peso de un óxido de un metal de transición seleccionado de entre el grupo constituido por óxidos de ytrio, óxidos de metales de transición con un número atómico comprendido entre 41 y 79 y mezclas de dichos óxidos.
- 15 2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que las restauraciones dentales son seleccionadas de entre *inlays*, *onlays*, coronas, carillas estéticas, carillas o pilares.
- 20 3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, en el que el prensado se realiza a una temperatura comprendida entre 700 y 1200°C.
- 25 4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el prensado se realiza a una presión comprendida entre 2 y 10 bar.
5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el mecanizado se realiza dentro de un procedimiento CAD/CAM.
- 30 6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, en el que la cerámica de vidrio es una cerámica de vidrio de metasilicato de litio o una cerámica de vidrio de disilicato de litio.
7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el vidrio contiene unos núcleos, que son aptos para formar cristales de metasilicato de litio y/o de disilicato de litio.
- 35 8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, en el que la cerámica de vidrio o el vidrio contiene por lo menos un 8,5% en peso de un óxido de un metal de transición seleccionado de entre el grupo constituido por óxidos de Y, Nb, La, Ta, W y mezclas de dichos óxidos.
9. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, en el que la cerámica de vidrio o el vidrio contiene por lo menos uno y preferentemente todos de los siguientes componentes:

Componente	% en peso
SiO_2	de 54,0 a 80,0, en particular de 60,0 a 70,0
Li_2O	de 11,0 a 19,0, en particular de 13,0 a 17,0
Al_2O_3	de 0,2 a 8,0, en particular de 1,0 a 7,0
K_2O	de 0,5 a 13,5, en particular de 1,0 a 7,0
Óxido alcalinotérreo	de 0 a 6,0, en particular de 0,1 a 5,0
ZnO	de 0 a 6,0, en particular de 0,1 a 5,0
Óxido de un metal de transición	de 8,5 a 30,0, en particular de 9,0 a 25,0
P_2O_5	de 0,5 a 12,0, en particular de 2,5 a 6,0
ZrO_2	de 0,1 a 4,0, en particular de 0,5 a 2,0.

- 40 10. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 9, en el que la cerámica de vidrio y el vidrio se utilizan en forma de piezas en bruto.
- 45 11. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 10, en el que después del mecanizado se realiza por lo menos un tratamiento térmico, para convertir el vidrio conformado o la cerámica de vidrio conformada en una cerámica de vidrio de disilicato de litio.
- 50 12. Utilización de una cerámica de vidrio de silicato de litio o de un vidrio de silicato de litio para la fabricación de restauraciones dentales a base de una cerámica de vidrio de disilicato de litio, en la que la cerámica de vidrio o el vidrio está conformada por

- (i) prensado o
- (ii) mecanizado

5 para formar una restauración dental y en la que la cerámica de vidrio y el vidrio contiene entre un 54,0 y un 80,0% en peso SiO₂ y por lo menos un 8,5% en peso de un óxido de un metal de transición seleccionado de entre el grupo constituido por óxidos de ytrio, óxidos de metales de transición con un número atómico comprendido entre 41 y 79 y mezclas de dichos óxidos.