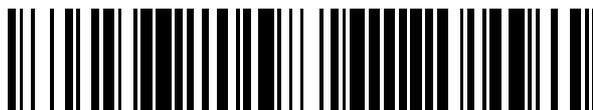


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 586 687**

51 Int. Cl.:

**A61C 13/00** (2006.01)  
**A61C 13/09** (2006.01)  
**A61C 5/10** (2006.01)  
**C04B 33/14** (2006.01)  
**A61K 6/00** (2006.01)  
**C04B 35/486** (2006.01)  
**C04B 35/488** (2006.01)  
**C04B 35/628** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.03.2007 E 11157243 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.05.2016 EP 2353542**

54 Título: **Procedimiento de fabricación de piezas en bruto coloreadas y piezas moldeadas dentales**

30 Prioridad:

**23.05.2006 DE 102006024065**  
**13.09.2006 EP 06120608**

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

**18.10.2016**

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**RITZBERGER, CHRISTIAN;**  
**SIGNER-APEL, ELKE;**  
**HÖLAND, WOLFRAM, PROF. DR.;**  
**ROTHBRUST, FRANK;**  
**KERSCHBAUMER, HARALD y**  
**RHEINBERGER, VOLKER M., DR.**

74 Agente/Representante:

**CURELL AGUILÁ, Mireia**

**ES 2 586 687 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 de fabricación de piezas en bruto coloreadas y piezas moldeadas dentales.

5 La presente invención se refiere a cuerpos moldeados, piezas en bruto y piezas moldeadas dentales de uno o varios colores constituidos por cerámicas oxidadas y a su utilización para la fabricación de piezas moldeadas para restauraciones dentales.

10 La utilización de cerámicas oxidadas como material de estructura para restauraciones dentales forma parte del estado de la técnica desde hace tiempo. Este material se caracteriza por una biocompatibilidad excelente y unas propiedades mecánicas sobresalientes. Se ha utilizado también ampliamente como material de implante y para prótesis desde hace muchos años. A este respecto, en los últimos años se han utilizado en particular cerámicas a base de cerámicas de  $ZrO_2$  parcialmente estabilizadas.

15 El procesamiento de estas cerámicas en la técnica dental se realiza mecánicamente, habiéndose impuesto el procesamiento de cerámicas solo parcialmente sinterizadas por medio de un procesamiento por fresado mediante unidades de procesamiento CAD/CAM. A este respecto, ya en el procesamiento mecánico se tiene en cuenta la contracción que tiene lugar en el caso de sinterización a la máxima densidad de cuerpos moldeados de una densidad de aproximadamente el 40 - 60% a una densidad superior al 95%. A este respecto, los datos de densidad se refieren en cada caso a la densidad teórica.

20 La desventaja de las cerámicas de  $ZrO_2$  consiste en su reducida traslucidez y su color blanco lechoso. Con las mismas se produce únicamente una restauración o una pieza de restauración no coloreada y no recubierta como un diente no natural. Por lo tanto, es imprescindible colorear la cerámica de  $ZrO_2$  para adaptarla a la situación del paciente para obtener una reconstrucción estética del diente.

25 Una desventaja particularmente grave de cerámicas sinterizadas según el estado de la técnica es que no producen piezas en bruto para el procesamiento CAD/CAM en forma de poro abierto o en forma sinterizada a la máxima densidad que posean un policromatismo o una construcción en zonas de colores diferentes que correspondan a un diente natural.

30 Por el estado de la técnica se conoce únicamente una serie de soluciones técnicas para piezas en bruto coloreadas no policromáticas. No obstante, estas soluciones poseen la desventaja de que no se ha logrado el color natural del diente, el gradiente de color, el policromatismo, la traslucidez graduada y el brillo del color. Estas soluciones conocidas se exponen a continuación:

35 La fabricación de una pieza en bruto de  $ZrO_2$  que contiene  $Y_2O_3$  de poro abierto, coloreada y blanca, se logra según el documento EP 1 210 054 a partir de líquidos mediante la coprecipitación de cloruros que contienen iones Zr, Y, Al, Ga, Ge, In, Fe, Er y Mn. Mediante la coprecipitación y la posterior calcinación el polvo producido contiene los iones colorantes ya antes de la conformación. Como compuestos colorantes se seleccionan óxidos del grupo de  $Fe_2O_3$ ,  $Er_2O_3$  y  $MnO_2$ . La desventaja de dicha invención consiste en que debe llevarse a cabo un procedimiento muy caro y complicado del proceso de coprecipitación con una calcinación posterior para obtener un polvo coloreado. Esto significa que este debe realizarse para cada color individual.

40 En las siguientes invenciones se proponen cerámicas monolíticas con las obtenibles en cada caso un color específico, es decir, no se logra un policromatismo.

45 El documento US 5.263.858 (Yoshida y *et al.*) describe la fabricación de cuerpos moldeados de color marfil para aplicaciones dentales (apliques ortodóncicos), añadiéndose durante la fabricación de la cerámica de  $ZrO_2$  estabilizada antes de la calcinación compuestos colorantes en soluciones o después de la calcinación mezclas de óxidos colorantes en forma de polvos. Para lograr el tono de color de marfil deseado, es necesaria la adición de  $Fe_2O_3$ ,  $Pr_6O_{11}$  y  $Er_2O_3$ . Este proceso tiene la desventaja, sin embargo, de que se debe realizar en varias etapas.

50 Además, por el estado de la técnica según el documento FR 2 781 366 se conoce el mezclado, el molido y la sinterización conjunta de los componentes colorantes con el polvo de partida de  $ZrO_2$ . Como óxidos colorantes se conocen  $Fe_2O_3$ ,  $CeO_2$  y  $Bi_2O_3$ .

55 El documento EP 0 955 267 menciona contenidos del 5 - 49% en peso de  $CeO_2$ , con los que se logra una coloración.

60 Para la preparación de dióxido de circonio totalmente estabilizado de forma cúbica en un proceso en horno de arco voltaico se añaden, según el documento EP 1 076 036 B1, a una fuente de  $ZrO_2$  uno o varios óxidos estabilizantes y colorantes o sus precursores. Los óxidos colorantes de los elementos Pr, Ce, Sm, Cd, Tb se incorporan después del proceso de sinterización a la red cristalina del  $ZrO_2$ .

65 El documento US 5.656.564 se refiere a la fabricación de cuerpos moldeados de óxido de circonio que contienen

óxidos de tierras raras, óxido de boro, óxido de aluminio y/u óxido de silicio. El cuerpo moldeado contiene el dióxido de circonio como fase mixta de  $ZrO_2$  tetragonal y monoclinico. Como óxidos colorantes se incorporan, por ejemplo, óxidos de los elementos Pr, Er e Yb en la cerámica sinterizada.

5 Además, según el estado de la técnica se conocen soluciones técnicas con las que se puede obtener piezas en bruto coloreadas mediante infiltración de líquidos. Estas soluciones técnicas, no obstante, poseen la desventaja grave de que se realiza una coloración después del proceso de presinterización y, por ello, se incorporan líquidos en un cuerpo cerámico de poro abierto. Por lo tanto, la coloración no se puede lograr de forma totalmente homogénea y tampoco puede lograrse un policromatismo.

10 A diferencia de cerámicas sinterizadas, tales como  $ZrO_2$  y  $Al_2O_3$ , se conoce en el grupo de materiales de las vitrocerámicas (documento DE 197 14 178 C2) un procedimiento de fabricación de piezas en bruto de vitrocerámica policromáticas. La fabricación de piezas en bruto de  $ZrO_2$  policromáticas no se menciona, sin embargo, en esta invención.

15 Una desventaja de las soluciones conocidas por el estado de la técnica es que no pueden fabricarse piezas en bruto de cerámica sinterizada policromáticas. Además, las soluciones según el estado de la técnica son muy caras y surgen problemas de calidad. Esto último se aplica, por ejemplo, para la técnica de infiltraciones, en la que por medio de la coloración posterior de una pieza en bruto parcialmente sinterizada o un producto dental conformado pueden ocuparse con los iones colorantes solo los huecos (poros) entre las partículas parcialmente sinterizadas conjuntamente del polvo de partida. Con ello se colorean también solo regiones discretas de la superficie de las partículas con una capa de los óxidos colorantes, no siendo posible un recubrimiento continuo de la superficie de las partículas del polvo de partida. Otra desventaja importante en caso de una infiltración consiste en los gradientes de concentración de la coloración desde el exterior hacia el interior. Si se introduce un cuerpo poroso en la solución de coloración, la solución de partida, partiendo desde el exterior hacia el interior, cede una parte de los iones colorantes disueltos y, por lo tanto, la solución de coloración "se empobrece" en sus sustancias colorantes. La consecuencia de ello es que en el exterior existe una concentración más elevada de los iones o los óxidos colorantes que en el interior del cuerpo moldeado. Además, por medio de la técnica de infiltración se logra solo una determinada profundidad de penetración.

20 El objeto de la invención consiste en evitar las desventajas del estado de la técnica descrita anteriormente y fabricar un polvo de óxido que contenga los compuestos colorantes distribuidos uniformemente y que sea adecuado para el procesamiento posterior para dar piezas para restauraciones dentales a partir de este polvo de óxido coloreado uniformemente, así como fabricar un cuerpo moldeado, una pieza en bruto de poro abierto y una pieza moldeada dental que contengan los compuestos colorantes distribuidos uniformemente.

25 Además, es un objeto de la invención proporcionar cuerpos moldeados, piezas en bruto y piezas moldeadas dentales de uno o varios colores que presenten los compuestos colorantes en un gradiente o una construcción en zonas.

30 Son objeto de la invención cuerpos moldeados, piezas en bruto y piezas moldeadas dentales de uno o varios colores fabricados a partir de polvo de cerámica oxidada coloreado, utilizándose como óxidos colorantes  $Pr_2O_3$  y  $Fe_2O_3$  y  $Tb_2O_3$  y, opcionalmente óxidos adicionales, y el polvo de cerámica oxidada coloreado presenta una relación de componente de cerámica oxidada con respecto a los óxidos colorantes de 100 : 0,0001 a 2,0 partes en peso.

35 Por capa se entiende en el presente contexto un componente individual que proporciona un cuerpo moldeado, una pieza en bruto o una pieza moldeada dental monocromático. El término capas evidencia la transición de color como gradiente de color o construcción en zonas de un cuerpo moldeado policromático o una pieza moldeada dental policromática.

40 Un objeto de la invención es también la utilización de los cuerpos moldeados, las piezas en bruto o las piezas moldeadas dentales de uno o varios colores para la producción de piezas para restauraciones dentales.

45 Se da a conocer además una composición a base de  $ZrO_2$ , que puede procesarse ya con cantidades muy reducidas de sustancias colorantes para dar restauraciones dentales muy parecidas a los dientes naturales.

50 Los cuerpos moldeados, las piezas en bruto y las piezas moldeadas dentales según la invención se pueden obtener, en particular, según un procedimiento en el que

- 55
- a) se recubre un polvo de óxido con una sustancia colorante,
  - b) el polvo recubierto, opcionalmente, se clasifica y, opcionalmente, se rellena en un molde de prensado,
  - c) el polvo coloreado se prensa para dar un cuerpo moldeado y
  - d) el cuerpo moldeado prensado se sinteriza para dar una pieza en bruto y
  - e) opcionalmente, a partir de la misma se conforma la pieza moldeada dental.

60 En este procedimiento se realiza antes del prensado para dar piezas en bruto y, por consiguiente, antes de la

- presinterización o del proceso de sinterización la coloración de la cerámica oxidada. Para la fabricación de cuerpos moldeados, piezas en bruto o piezas moldeadas dentales de varios colores puede llevarse a cabo el recubrimiento con sustancias colorantes adicionales. Para ello se aplica en una primera etapa una primera sustancia colorante sobre un polvo de cerámica oxidada sin colorear. Después, en una segunda etapa se aplica la siguiente sustancia colorante sobre otro polvo de cerámica oxidada sin colorear. Según el número de colores deseados puede realizarse en varias etapas adicionales una coloración adicional con otras sustancias colorantes sobre otro polvo de cerámica oxidada sin colorear. Como resultado se obtienen por lo tanto partículas de polvo de óxido que contienen diferentes compuestos colorantes.
- El recubrimiento con las sustancias colorantes se lleva a cabo preferentemente en un reactor de lecho fluidizado. Además, también se pueden utilizar otros procedimientos de recubrimiento para polvos conocidos por el experto.
- Los procedimientos en lecho fluidizado adecuados son conocidos por otros sectores de la técnica. Para la coloración de polvos de cerámica oxidada que se utilizan en el sector dental estos procedimientos aún no se han utilizado.
- En el lecho fluidizado (también denominado capa fluidizada) se mueve una masa suelta de partículas sólidas de grano fino por medio de un medio vehículo (gas o líquido). Para ello se hace fluir gas a través de una carga inactiva de polvo de cerámica oxidada con un diámetro de grano medio de los gránulos de 1 bis 100  $\mu\text{m}$ , preferentemente de 30 a 80  $\mu\text{m}$  de abajo a arriba. A una velocidad de flujo determinada (punto de fluidización incipiente, punto de fluidización) la carga se transforma en el lecho fluidizado. Los polvos con el diámetro de gránulo medio indicado son, por lo tanto, preferidos. En el recubrimiento en lecho fluidizado pueden utilizarse tanto el procedimiento de pulverización desde el fondo como el de pulverización desde la parte superior.
- En la formación del lecho fluidizado el peso de las partículas sólidas se compensa por la fuerza del flujo dirigido en dirección contraria del medio vehículo. El sólido se comporta entonces de forma similar a un líquido, es decir, puede alimentarse o descargarse durante la operación de un modo sencillo. En el lecho fluidizado tiene lugar un intercambio de materia y de calor muy intenso. En consecuencia, según la invención, mediante la utilización de un fluido que contiene sustancias colorantes, puede lograrse una coloración de los polvos de cerámica oxidada.
- Como polvo de cerámica oxidada pueden utilizarse preferentemente cerámicas sinterizadas oxídicas. Se utilizan de modo particularmente preferente polvos de  $\text{ZrO}_2$ .
- Por cerámicas sinterizadas se entienden productos que se obtienen mediante sinterización a partir de materias primas cristalinas en un proceso de tratamiento térmico, manteniéndose ampliamente la proporción cristalina y produciéndose solo una proporción reducida, en la mayor parte de los casos claramente inferior al 5% en volumen, de proporción de fase vítrea entre los cristales individuales.
- Según la invención, el  $\text{ZrO}_2$  puede estar dopado, además, con óxidos metálicos adicionales. Por ejemplo, es posible un dopado con  $\text{CeO}_2$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$  o  $\text{CaO}$ . Además, pueden estar contenidos  $\text{HfO}_2$  y  $\text{Al}_2\text{O}_3$  en el polvo de  $\text{ZrO}_2$ .
- Como óxidos colorantes pueden utilizarse los óxidos de los elementos d y f del sistema periódico de los elementos. Según la invención, se utilizan como óxidos colorantes  $\text{Pr}_2\text{O}_3$  y  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  y  $\text{Tb}_2\text{O}_3$  y, opcionalmente, óxidos adicionales.
- Como óxidos colorantes adicionales pueden utilizarse óxidos de los elementos Mn, V, Ti, Nd, Eu, Dy, Er y/o Yb, en particular óxidos de Mn.
- Como sustancias colorantes pueden utilizarse preferentemente soluciones acuosas de distintas sales. Se prefieren sales hidrosolubles de elementos d o f del sistema periódico. Se prefieren en particular hidratos de nitratos o de cloruros. Ejemplos de sales que pueden utilizarse son  $\text{Pr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  o  $\text{Tb}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ .
- Adicionalmente a las sustancias colorantes pueden utilizarse aglutinantes hidrosolubles adecuados como coadyuvantes del prensado para el polvo. Los aglutinantes, preferentemente, se disuelven con las sales mencionadas en agua y se homogeneizan. Como aglutinante se prefiere en particular el poli(alcohol vinílico).
- Además, se prefiere añadir tensioactivos al polvo, dado que estos sorprendentemente mejoran la compresibilidad. Esto se muestra mediante una densidad de prensado más elevada a la misma presión. Se prefieren en particular tensioactivos no iónicos o anfóteros, tales como poliglicoléter o sulfonatos de alquilo.
- Los polvos de cerámica oxidada recubiertos con las sustancias colorantes se clasifican preferentemente en una segunda etapa, por ejemplo, se criban con tamices de un ancho de malla < 90  $\mu\text{m}$ . Esto se lleva a cabo en particular cuando hay presencia de una aglomeración muy intensa del polvo.
- El polvo opcionalmente clasificado se alimenta a continuación habitualmente a un molde de prensado. Si está prevista la fabricación de piezas en bruto de varios colores, se lleva a cabo la primera etapa del procedimiento descrita anteriormente con otras sustancias colorantes o concentraciones superiores de las sustancias colorantes varias veces, de modo que se produzcan polvos coloreados de forma diferente. Estos polvos coloreados de forma

diferente se vierten en la segunda etapa después de la clasificación por porciones a un molde de prensado.

5 El prensado de un cuerpo moldeado se lleva a cabo preferentemente de forma isostática en frío a presiones de 50 a 500 MPa, de modo particularmente preferido de 70 a 300 MPa, de modo muy particularmente preferido de 100 a 200 MPa. Según la invención también es posible un prensado uniaxial.

10 En otra etapa del procedimiento se sinteriza el cuerpo moldeado obtenido, en particular se presinteriza. Para ello se ajustan preferentemente temperaturas de 800 a 1300 °C, de modo particularmente preferido de 1000 °C a 1200 °C, de modo muy particularmente preferido de 1050 °C a 1150 °C. Mediante el proceso de presinterización se obtiene preferentemente una pieza en bruto porosa con una densidad de por lo menos el 30%, preferentemente del 40 al 75% de la densidad teórica de la cerámica oxidada. La duración de la presinterización a las temperaturas indicadas es de 1 a 4 horas, preferentemente de 1,5 a 2,5 horas. La totalidad de la etapa de presinterización incluidos los procesos de calentamiento y de enfriamiento dura habitualmente de 38 a 72 horas.

15 Durante el proceso de presinterización se realiza simultáneamente la eliminación de los componentes orgánicos del cuerpo moldeado. Por eliminación de los componentes orgánicos se entiende la combustión de los componentes orgánicos, en particular de los aglutinantes. Esta eliminación de los componentes orgánicos puede llevarse a cabo, no obstante, también en una etapa de procedimiento especial.

20 La pieza en bruto monocromática o policromática obtenida se conforma por ejemplo en un laboratorio dental o una clínica dental para dar una pieza moldeada dental. Esto puede realizarse preferentemente mediante fresado o rectificación por medio de una unidad de CAD/CAM. La preforma ampliada obtenida de este modo de una pieza moldeada dental de la restauración dental se sinteriza a la máxima densidad a continuación a una temperatura de preferentemente 1200 °C a 1600 °C, de modo particularmente preferido de 1300 °C a 1550 °C y de modo muy particularmente preferido de 1400 °C a 1500 °C. La duración de la sinterización a la máxima densidad se encuentra preferentemente entre 5 minutos y 2 horas. Son muy particularmente preferidos periodos de 10 a 30 minutos. La totalidad del proceso de sinterización a la máxima densidad con calentamiento y enfriamiento dura en general aproximadamente 8 horas. El proceso de fresado se lleva a cabo de forma que la pieza moldeada dental presente un exceso de medida que tenga en cuenta la contracción de la pieza moldeada en la sinterización a la máxima densidad.

La sinterización a la máxima densidad también puede llevarse a cabo con energía de microondas, lo que conduce en general a una reducción de los tiempos del proceso.

35 La pieza moldeada dental fabricada puede representar ya la restauración dental acabada o puede procesarse adicionalmente, tal como, por ejemplo, proveyéndola de un revestimiento, para obtener la restauración dental acabada.

40 La pieza moldeada dental fabricada del modo descrito se caracteriza, a diferencia de las piezas moldeadas dentales conocidas hasta la fecha por el estado de la técnica, de una homogeneidad de color elevada. Los iones colorantes están presentes en fase acuosa y se aplican en particular en el lecho turbulento de forma homogénea a la superficie de los polvos de cerámica oxidada. Incluso a concentraciones muy reducidas de aproximadamente el 0,001% en peso, con respecto a la cantidad total de polvo, se logra un recubrimiento homogéneo del polvo. También es ventajoso según la invención que se puedan obtener colores mixtos y se puedan fabricar piezas en bruto de este tipo en forma policromática.

50 Un punto esencial particular de la invención consiste en la utilización de piezas en bruto policromáticas de forma que después de la sinterización a la máxima densidad de la cerámica de ZrO<sub>2</sub> se obtenga un producto policromático para la medicina restaurativa dental. Este policromatismo es muy particularmente para puentes de varios elementos extraordinariamente ventajoso. Con ello puede reproducirse mediante una restauración dental de este tipo el diente natural de una forma perfecta, puesto que esta no consiste solo en un color, sino que presenta un gradiente de color y una diferencia de translucidez, así como brillos de color diferentes dentro del diente. Si se fabrica ahora un puente policromático según la invención, pueden asegurarse estas exigencias o propiedades mencionadas anteriormente de un diente natural de una forma sencilla. Esta facilidad de fabricación de piezas moldeadas dentales, por ejemplo de restauraciones dentales complicadas, tales como puentes de varios elementos, se muestra según la invención en que el técnico dental necesita aplicar sobre el puente de cerámica policromático solo pocas capas de recubrimiento de cerámica sinterizada o vitrocerámica sinterizada, o incluso solo una, para lograr la mejor apariencia natural. A las cerámicas sin colorear se debe aplicar varias capas como recubrimiento y para lograr efectos de color especiales. También son necesarias sobre cerámicas coloreadas distintas sinterizaciones. Por lo tanto, el procesamiento se realiza según la invención de una forma más eficaz que según el estado de la técnica.

65 Otra ventaja consiste en que no es una condición previa una distribución uniforme de poros. Por el contrario, la técnica de infiltración depende de una distribución lo más uniforme posible de los poros, para lograr unas coloraciones aceptables por lo menos en alguna medida. Por lo tanto, según el estado de la técnica se logran mediante diferentes rugosidades y sin poros no accesibles calidades de coloración muy diferentes.

Es ventajoso según la invención, además, que en la coloración según la invención del polvo de cerámica oxidada mediante la distribución homogénea de las sustancias colorantes sobre la superficie del polvo o de los aglomerados de las partículas primarias del polvo no se produzca ninguna acumulación de las sustancias colorantes. Por lo tanto, se evita de forma fiable una alteración de las estructuras. Si el procedimiento descrito anteriormente se lleva a cabo con polvos de cerámica oxidada coloreados de forma diferente, se obtiene después del pensado, la eliminación de compuestos orgánicos y la sinterización una pieza en bruto policromática que presenta un gradiente de colores que preferentemente corresponde al de un diente natural.

Además, el crecimiento de grano dentro de la cerámica en la sinterización no influye negativamente. La distribución de iones de colores es tan aceptable que ni a simple vista ni con un microscopio electrónico de barrido (REM) o un microscopio electrónico de transmisión (TEM) pueden observarse o analizarse gradientes de colores ni tampoco acumulaciones de iones de colores.

Finalmente, se prefiere un procedimiento en el que la pieza en bruto o la pieza moldeada dental o las restauraciones dentales producidas a partir de las mismas contengan la composición descrita a continuación.

Esta composición es a base de  $ZrO_2$  y contiene los componentes siguientes

Pr, calculado como  $Pr_2O_3$ ,  
 Fe, calculado como  $Fe_2O_3$ ,  
 Tb, calculado como  $Tb_2O_3$ , y  
 Mn, calculado como  $Mn_2O_3$ ,

en una cantidad total del 0,0001 al 0,75% en peso.

Sorprendentemente se ha demostrado que una composición de este tipo, a pesar de la cantidad total extremadamente reducida de componentes colorantes, a saber Pr, Fe, Tb y Mn, permite la fabricación de piezas en bruto, piezas moldeadas dentales y finalmente restauraciones dentales que están coloreadas con el blanco deseado para imitar de forma excelente el material dental natural.

Los componentes Pr, Fe, Tb y Mn pueden estar presentes en sus diferentes niveles de oxidación en la composición, estando presentes preferentemente en un nivel de oxidación distinto de cero.

Se acepta que en la fabricación de la composición por medio del procedimiento indicado anteriormente se realiza, en particular después de las etapas de presinterización o de sinterización a la máxima densidad llevadas a cabo, una incorporación de los componentes en forma de iones en la red cristalina del  $ZrO_2$ . Por ejemplo, es posible que estos iones se incorporen en sitios defectuosos de la red de  $ZrO_2$ .

La composición, por lo tanto, está presente preferentemente en forma sinterizada. Además, contiene los componentes indicados preferentemente en una distribución homogénea.

Es más preferente que la composición contenga los componentes en una cantidad total del 0,0001 al 0,6 y en particular del 0,0004 al 0,37% en peso.

Además, se considera como particularmente preferida una composición que contenga los componentes en las cantidades siguientes:

Componente	Cantidades (% en peso)
Pr, calculado como $Pr_2O_3$ ,	0,0001 - 0,01
Fe, calculado como $Fe_2O_3$	0,005 - 0,5
Tb, calculado como $Tb_2O_3$	0,0001 - 0,1
Mn, calculado como $Mn_2O_3$	0,0001 - 0,1

Además, para los componentes individuales existen también intervalos particularmente preferidos de la forma siguiente:

Pr, calculado como  $Pr_2O_3$ , en una cantidad del 0,0005 al 0,01% en peso  
 Fe, calculado como  $Fe_2O_3$ , en una cantidad del 0,005 al 0,4% en peso  
 Tb, calculado como  $Tb_2O_3$ , en una cantidad del 0,0001 al 0,075% en peso  
 Mn, calculado como  $Mn_2O_3$ , en una cantidad del 0,0001 al 0,075% en peso.

Finalmente se ha demostrado, sorprendentemente, que se pueden utilizar composiciones particulares muy ventajosas como colores básicos en la fabricación de restauraciones dentales. Estas son las cuatro formas de realización particularmente preferentes de las composiciones descritas a continuación con datos de las cantidades contenidas de los componentes:

Componente	Cantidades (% en peso)
Pr, calculado como Pr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ,	0,001 - 0,003
Fe, calculado como Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,005 - 0,04
Tb, calculado como Tb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,0005 - 0,004
Mn, calculado como Mn <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,0001 - 0,0005

Componente	Cantidades (% en peso)
Pr, calculado como Pr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ,	0,002 - 0,004
Fe, calculado como Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,04 - 0,15
Tb, calculado como Tb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,0005 - 0,004
Mn, calculado como Mn <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,0003 - 0,002

Componente	Cantidades (% en peso)
Pr, calculado como Pr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ,	0,003 - 0,006
Fe, calculado como Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,04 - 0,15
Tb, calculado como Tb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,0005 - 0,004
Mn, calculado como Mn <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,0005 - 0,002

Componente	Cantidades (% en peso)
Pr, calculado como Pr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ,	0,003 - 0,006
Fe, calculado como Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,04 - 0,25
Tb, calculado como Tb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,0005 - 0,004
Mn, calculado como Mn <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,001 - 0,007

- 5 Además, la composición puede contener también otras sustancias tales como, en particular,
- Cr, calculado como Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, en una cantidad del 0,0001 al 0,1% en peso.
- 10 Además, es ventajoso que la composición presente un estabilizante tal como Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Por lo tanto, son particularmente preferentes composiciones que contienen del 4 al 8% en peso de Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.
- La composición contiene preferentemente también hasta el 1% en peso de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Esto aumenta la estabilidad de la composición en condiciones hidrotermales, lo que es particularmente importante en la utilización de la composición como material dental.
- 15 La composición también puede contener HfO<sub>2</sub>.
- Es particularmente preferente una composición que contiene más del 95, en particular más del 98% en peso de ZrO<sub>2</sub>. Son también preferentes composiciones en las que la suma ZrO<sub>2</sub> + HfO<sub>2</sub> + Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> está contenida en más del 95% en peso en la composición.
- 20 La composición se utiliza preferentemente como material dental. La composición puede prepararse en particular mediante un procedimiento en el que un polvo a base de ZrO<sub>2</sub> se recubre con una fuente de los componentes, tales como compuestos de Pr, Tb, Fe y Mn, en particular por medio de un recubrimiento en lecho fluidizado.
- 25 Finalmente se divulga también un cuerpo moldeado que contiene la composición indicada anteriormente y en particular aquel que tiene una distribución homogénea de los componentes Pr, Fe, Tb y Mn dentro de dicho cuerpo y, con ello, una homogeneidad de color sobresaliente. Este cuerpo moldeado está presente en particular como pieza en bruto, pieza moldeada dental o restauración dental, es decir, preferentemente como cuerpo moldeado sinterizado. El cuerpo moldeado puede obtenerse, en particular, mediante del procedimiento según la invención para la fabricación de piezas en bruto y piezas moldeadas dentales indicado anteriormente.
- 30 Son particularmente preferentes piezas en bruto según la invención con una densidad de 3,0 a 3,5, en particular de 3,1 a 3,2 g/cm<sup>3</sup>.
- Además es preferente un cuerpo moldeado que sea policromático, provocándose el policromatismo en particular por medio de varias capas coloreadas de forma diferente. Se ha demostrado que son particularmente preferentes cuerpos moldeados que tienen por lo menos dos capas coloreadas de forma diferente y preferentemente que presentan hasta ocho capas coloreadas de forma diferente.
- 40 Ya con un cuerpo moldeado, tal como, por ejemplo, una pieza en bruto, con por lo menos tres capas coloreadas de forma diferente puede imitarse muy bien el material dental natural. Esto se debe a que el diente natural puede subdividirse de forma aproximada en tres regiones, a saber, cervical, central e incisal, con en cada caso unas exigencias diferentes en la apariencia óptica. Por lo tanto, una capa se adapta en su apariencia óptica
- 45

preferentemente a la región cervical y las otras dos capas preferentemente a las regiones central e incisal del diente natural. A este respecto, se ha demostrado que es particularmente ventajoso que por lo menos una capa del cuerpo contenga la composición indicada anteriormente y en particular la composición de las cuatro formas de realización particulares indicada anteriormente. Además, es también posible que esta, por lo menos una, capa contenga una mezcla de las cuatro formas de realización particulares indicadas anteriormente y, por lo tanto, se modifiquen los colores básicos representados por estas formas de realización.

Una comparación con composiciones coloreadas habituales a base de  $ZrO_2$  ha demostrado que los componentes especiales de las composiciones mismas permiten lograr una intensidad del color deseada incluso en cantidades muy reducidas. En los sistemas habituales es, para ello, necesaria a menudo una cantidad claramente más elevada de componentes colorantes, lo que conduce a alteraciones en la estructura de los cuerpos moldeados producidos a partir de los mismos. Las cantidades reducidas de componentes colorantes utilizadas, por el contrario, en las composiciones no producen esencialmente ninguna alteración de la estructura de los cuerpos moldeados producidos a partir de las mismas, de modo que estos, y en particular las restauraciones dentales producidas finalmente, tienen unas propiedades físicas, tales como resistencia mecánica y estabilidad química, excelentes.

La invención se refiere también finalmente, por lo tanto, a la utilización de los cuerpos moldeados, las piezas en bruto y las piezas moldeadas dentales según la invención para la fabricación de restauraciones dentales. A este respecto, la restauración dental es en particular una corona y de forma muy particularmente preferida un puente. Para un puente tiene una importancia particular que los diferentes colores presentes en los dientes naturales que se van a reemplazar se pueden reproducir de la forma más natural posible. No obstante, esto es posible con la composición indicada anteriormente y los cuerpos moldeados fabricados a partir de la misma de un modo excelente, proporcionando las regiones coloreadas de forma correspondientemente diferente, como capas coloreadas de forma diferente.

A continuación se explicará la invención con más detalle por medio de ejemplos.

### Ejemplos

Todos los valores ópticos L, a y b indicados en el marco de los ejemplos se determinan según la norma DIN 5033 o la norma DIN 6174, llevándose a cabo una comparación con una muestra de referencia blanca con los valores  $L^*=93,11$ ,  $a^*=-0,64$  y  $b^*=4,22$ . El valor C representa el vector suma de a y b. La medición de colores se realizó con un espectrómetro CM-3700d de la empresa Konica-Minolta. El valor de CR se determinó según la norma BS 5612 y es una medida de la opacidad.

Como material de partida para las composiciones y los cuerpos moldeados, las piezas en bruto y las piezas moldeadas dentales según la invención producidos a partir de las mismas se utilizaron polvos de  $ZrO_2$  parcialmente estabilizados de la empresa Tosoh, por ejemplo TZ-3Y o TZ-3YSB-C, que presentan las composiciones siguientes:

$ZrO_2 + HfO_2 + Y_2O_3$	> 99,0 % en peso
$Y_2O_3$	4,5-5,4 % en peso.
$HfO_2$	≤ 5,0 % en peso
$Al_2O_3$	0,2-0,5 % en peso.
otros óxidos	≤ 0,5 % en peso
radioactividad	< 200 Bq $kg^{-1}$
densidad aparente	3,09 - 3,21 $g\ cm^{-3}$

Como solución colorante para el recubrimiento en lecho fluidizado se utilizó solución acuosa que contenían tanto los iones colorantes como también un aglutinante hidrosoluble, tal como poli(alcohol vinílico), (por ejemplo Optapix PAF2 o PAF35 de la empresa Zschimmer & Schwarz). La solución colorante puede contener uno o varios iones colorantes, para adquirir la coloración deseada después de la sinterización a la máxima densidad. La solución colorante acuosa con aproximadamente el 0,1 - 2% en peso de aglutinante (con respecto a la cantidad del polvo que se desea recubrir) contenía los iones colorantes correspondientes. Esta solución se homogeneiza aproximadamente media hora (agitador magnético o similar). Esta solución colorante producida de este modo se aplicó a continuación por medio de una granuladora de lecho fluidizado completamente sobre el polvo de  $ZrO_2$  que se desea recubrir. A este respecto se mantuvo el polvo que se desea recubrir por medio de aire a presión (15 – 30 kPa) en suspensión (lecho fluidizado) y simultáneamente la solución colorante, a través de una boquilla dispuesta por encima del lecho fluidizado, se pulverizó y se aplicó sobre el polvo. A este respecto, la presión de pulverización era de 200 a 600 kPa. Adicionalmente se calentó el aire a presión, que era necesario para la formación del lecho fluidizado, a aproximadamente de 30 a 80 °C, y se pudo secar con ello el polvo durante el proceso simultáneamente.

#### Fabricación de una pieza en bruto de $ZrO_2$ monocromática:

El polvo de  $ZrO_2$  (TZ-3YSB-C) se recubrió con una solución colorante acuosa a base de compuestos de Fe(III), Pr, Cr y Tb. El polvo coloreado de este modo se introdujo en un molde de prensado y se prensó a aproximadamente 200 MPa de forma isostática en frío. Estos cuerpos moldeados se presinterizaron a una temperatura de 1125 °C durante un periodo de aproximadamente 120 min para dar una pieza en bruto y después se procesaron mediante

tecnología CAD/CAM. A continuación se sinterizó a la máxima densidad a aproximadamente 1500 °C. La pieza moldeada dental mostró después de la sinterización a la máxima densidad una ligera coloración amarillenta. Preferentemente se fabricaron piezas en bruto con forma de paralelepípedo que poseían preferentemente las dimensiones siguientes:

- 5 Longitud de aproximadamente 15 a aproximadamente 60 mm  
 Anchura de aproximadamente 10 a aproximadamente 20 mm  
 Altura de aproximadamente 15 a aproximadamente 20 mm

No obstante, la fabricación de piezas en bruto cilíndricas también era posible. El tamaño de los cristales analizado por REM de la pieza en bruto parcialmente sinterizada fue de aproximadamente 200 a 400 nm. El tamaño de los cristales en la restauración sinterizada a la máxima densidad fue de 400 a 800 nm.

10 En la tabla siguiente se indica la composición de piezas en bruto coloreadas de forma diferente según los ejemplos 1 a 10 junto con los valores ópticos después de la sinterización a la máxima densidad. El contenido de los componentes se representa a este respecto como contenido del óxido trivalente correspondiente. A este respecto, se utilizaron como material de partida polvos de ZrO<sub>2</sub> de la empresa Tosoh, Japón, con un contenido del 4-8% en peso de Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Los polvos se diferenciaban en el tamaño de partícula primaria, el área superficial específica y la proporción de aglutinante. Estos polvos se proveyeron tal como se ha descrito anteriormente de los componentes colorantes.

Ejemplo	Composición (TZ-3Y, TZ-3YSB o TZ-3YSB-E) + componentes siguientes	Valores ópticos					
		L*	a*	b*	C*	CR	Apariencia óptica
1	0,05% en peso de Pr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,0001% en peso de Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,001% en peso de Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,0001% en peso de Tb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	84,02	2,37	25,74	25,85	94,33	amarillento
2	0,1% en peso de Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,0001% en peso de Tb <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,0001% en peso de Pr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,001% en peso de Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	63,30	1,78	5,22	5,51	98,10	gris oscuro
3	0,1% en peso de Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,0001% en peso de Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,0001% en peso de Pr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,0001% en peso de Tb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	81,39	1,80	17,23	17,33	97,97	rojizo-marrón
4	0,072% en peso de Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,003% en peso de Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,003% en peso de Pr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,0001% en peso de Tb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	79,19	1,87	18,64	18,74	99,47	rojizo-marrón (color de diente)
5	0,0001% en peso de Pr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,0001% en peso de Mn <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,0001% en peso de Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,05% en peso de Tb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	84,23	1,61	22,95	23,00	96,07	amarillento
6	0,0001% en peso de Pr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,1% en peso de Mn <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,0001% en peso de Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,0001% en peso de Tb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	51,48	2,49	-1,71	3,02	95,02	antracita
7	0,0040% en peso de Pr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,0001% en peso de Mn <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,001% en peso de Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,0001% en peso de Tb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	86,87	-0,52	10,40	40,42	92,49	amarillento claro
8	0,001% en peso de Pr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,0001% en peso de Mn <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,5% en peso de Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,0001% en peso de Tb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	72,24	6,10	22,10	22,92	98,59	amarillo-marrón
9	0,0006% en peso de Pr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,0001% en peso de Mn <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,0002% en peso de Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,0001% en peso de Tb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	89,94	-0,20	5,05	5,05	96,70	crema-blanco
10	0,05% en peso de Pr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,1% en peso de Mn <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,5% en peso de Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,05% en peso de Tb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	53,09	1,54	4,35	4,62	99,49	antracita

**Ejemplo 11**Fabricación de una pieza en bruto policromática a base de  $ZrO_2$ :

5 Se introdujeron de forma homogénea entre sí polvos coloreados de forma diferente (diferentes colores de dientes) en un molde de prensado según el espesor de capa y la transición de color deseados. El polvo se prensó de forma isostática en frío a aproximadamente 200 MPa y a continuación se presinterizó a 1125 °C durante aproximadamente 120 min. A continuación a partir de la pieza en bruto se procesó una preforma de una pieza moldeada dental y se sintetizó a la máxima densidad. La pieza moldeada dental se cortó a lo largo a continuación y mostró un gradiente de color que no puede producirse mediante técnica de infiltración. Este gradiente de color natural, es decir, la reproducción de las propiedades ópticas del diente natural, fue claro en particular en un puente dental lateral de 3 elementos. Utilizando la pieza en bruto según la invención pudo reconstruirse sin técnica de recubrimiento adicional en la pieza moldeada dental sinterizada a la máxima densidad la transición de color natural. La transición de color de un puente dental lateral según la invención está caracterizada porque en la fisura y en el cuello del diente se produce una croma (un color más intenso) que en la región de la cúspide del diente. Con ello se logró una estética esencialmente mejorada frente a los materiales del estado de la técnica. Además pudo reducirse el consumo de tiempo por parte del técnico dental para la fabricación de la restauración completamente recubierta.

20 Como soluciones colorantes se utilizaron sistemas acuosos con compuestos ionógenos disueltos, preferentemente cloruros y nitratos.

Con este procedimiento se pueden producir piezas en bruto con una transición del color de por ejemplo 2 a 10 colores con una homogeneidad elevada como piezas en bruto monocromáticas y policromáticas.

25

**Ejemplo 12**Ejemplo comparativo según el estado de la técnica:

30 A partir de un bloque de puente IPS e.max ZirCAD® en una unidad CAD/CAM (Sirona inLab®) se obtuvo por rectificación una estructura de puente de 3 elementos. El factor de contracción de aproximadamente el 20% en cada eje espacial se tuvo en cuenta por medio de un factor de aumento correspondiente en la rectificación. El proceso de rectificación se llevó a cabo en húmedo, de modo que antes del proceso de infiltración era necesario secar la estructura. El secado se llevó a cabo en un periodo de 2 horas a aproximadamente 80 °C bajo una lámpara de infrarrojos. Las estructuras procesadas (separación de piezas manuales y rectificado posterior de los bordes) se infiltraron con las soluciones siguientes para realizar la coloración (datos en % en peso), para determinar diferencias en la homogeneidad del color:

35

Solución	Fe (NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> *9H <sub>2</sub> O	H <sub>2</sub> O	PEG 20000	Etanol
1	4,2	76,6	-	19,2
2	4,8	54,4	27,2	13,6

PEG 20000 Polietilenglicol (Fluka, Buchs, Suiza)

40 La estructura del puente se sumergió durante 2 min en la solución 1, la infiltración se realizó mediante el efecto capilar. Se renunció a la utilización de vacío o de sobrepresión. Después de la infiltración la estructura se extrajo de la solución y se secó dándole unos toques ligeros con un pañuelo de papel para eliminar el exceso de solución colorante de la superficie. A continuación se realizó el secado bajo una lámpara de infrarrojos a 80 °C durante aproximadamente 2 horas. Ya en este punto temporal se mostró un aumento de la concentración de iones Fe en sitios expuestos de la estructura (por ejemplo, cúspides de la estructura de la superficie masticatoria, curvatura elevada de la superficie). También después de la sinterización a la máxima densidad a 1500 °C durante 30 min se pudieron observar claramente las inhomogeneidades de color resultantes de la misma. No se pudo realizar una coloración exterior uniforme.

45

50 Otra estructura de puente se sumergió para mejorar la homogeneidad de color durante 2 min en la solución colorante 2. El postratamiento se realizó tal como se ha descrito anteriormente. Se mostró que la desventaja de la inhomogeneidad de color superficial se puede abordar por medio de la adición del componente orgánico y, con ello, un aumento de la viscosidad de la solución colorante. La sinterización se realizó también tal como se ha descrito anteriormente. No obstante, se muestra después de seccionar la estructura de puente a lo largo del eje longitudinal que la coloración solo se realizó en una región de capa exterior de aproximadamente 0,6 a 1,0 mm y, así, no existía una coloración homogénea en el interior de la estructura total. Esto es posiblemente suficiente para una corona de pilar, pero en la región del conector y del elemento intermedio del puente existen serias dudas. En una rectificación posterior por parte del técnico dental existe el riesgo de que las regiones sin colorear se liberen parcialmente y se pierda el efecto deseado inicialmente de una coloración.

60

El ejemplo comparativo muestra que con la utilización de la infiltración como procedimiento de coloración solo puede lograrse una coloración superficial o se logra una coloración total a través de la pieza con solo una coloración no

homogénea intensa de forma diferente localmente (aumento de concentración de los iones colorantes). Según la invención se evitan estas desventajas. Siempre se puede establecer una coloración homogénea de la totalidad de la pieza en bruto.

5 Además, se ha comprobado que es ventajoso que se utilice polvo de  $ZrO_2$  a escala nanométrica como material de partida (tamaño de partícula primaria entre 5 y 50 nm y un área superficial específica  $> 100 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ ) para la fabricación de los bloques. Este muestra después del procesamiento para dar una estructura de puente una temperatura claramente reducida en la sinterización a la máxima densidad. Así, se alcanzaron, en función de los materiales utilizados, temperaturas inferiores a  $1250 \text{ }^\circ\text{C}$ , lo que permite una sinterización a la máxima densidad en un horno de combustión dental habitual. Para la fabricación de los bloques coloreados (monocromáticos y policromáticos) se añadieron los polvos colorantes utilizados anteriormente como denominado concentrado de color al polvo de  $ZrO_2$  a escala nanométrica en una proporción del 0,0001 al 2,0% en peso. Una variación de temperatura en la sinterización a la máxima densidad no es necesaria.

15 **Ejemplos 13 a 17:**

Se fabricaron del modo indicado anteriormente para los ejemplos 1 a 10 otras composiciones particularmente preferidas y se procesaron posteriormente para dar piezas en bruto, piezas moldeadas dentales y restauraciones dentales según la invención. Las proporciones de los componentes, calculadas como óxido trivalente correspondiente, así como la proporción total de estos componentes colorantes y la presencia de un aditivo eventualmente presente en el prensado para dar cuerpos moldeados se indican en la tabla 1 expuesta a continuación. Las proporciones se indican, a este respecto, como mg de componente con respecto a mg de la composición total.

25 El tensioactivo es poliglicoléter o sulfonatos de alquilo.

Estas composiciones y en particular aquellas según los ejemplos 13 y 17 son aquellas que se pueden utilizar como colores dentales típicos. Sorprendentemente estas composiciones pueden procesarse a pesar de sus cantidades muy reducidas de componentes colorantes para dar restauraciones dentales coloreadas de forma intensa, tales como, por ejemplo, coronas y puentes.

Las propiedades ópticas de las piezas en bruto sinterizadas a la máxima densidad coloreadas fabricadas a partir de las mismas se indican en la tabla 2 siguiente.

35 Tabla 1

Ejemplo	$Fe_2O_3$ mg/kg	$Pr_2O_3$ mg/kg	$Tb_2O_3$ mg/kg	$Mn_2O_3$ mg/kg	Proporción total de componentes colorantes mg/kg	Aditivos
13	329	15	7	1	352	Optapix PAF35
14	1	1	1	1000	1003	Tensioactivo
15	5000	10	1	1	5012	Tensioactivo
16	1	1	500	1	503	Tensioactivo
17	1000	25	6	10	1041	Tensioactivo

Tabla 2

Ejemplo	L	a	b	C	CR
13	87,76	-1,02	10,22	-	94,62
14	51,48	2,49	-1,71	3,02	95,02
15	72,24	6,10	22,10	22,92	98,59
16	84,23	1,61	22,95	23,00	96,07
17	82,15	0,48	13,60	-	99,72

40

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Cuerpo moldeado, pieza en bruto o pieza moldeada dental de uno o varios colores, fabricado a partir de polvo de cerámica oxidada coloreado, utilizándose como óxidos colorantes  $\text{Pr}_2\text{O}_3$  y  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  y  $\text{Tb}_2\text{O}_3$  y, opcionalmente, óxidos adicionales, y presentando el polvo de cerámica oxidada coloreado una relación de componente de cerámica oxidada con respecto a óxidos colorantes de 100 : 0,0001 a 2,0 partes en peso.
- 10 2. Cuerpo moldeado, pieza en bruto o pieza moldeada dental según la reivindicación 1, en el que como óxidos adicionales se utilizan óxidos de los elementos Mn, V, Ti, Nd, Eu, Dy, Er y/o Yb.
- 15 3. Cuerpo moldeado, pieza en bruto o pieza moldeada dental según la reivindicación 1 o 2, en el que como óxido adicional se utiliza un óxido de Mn.
- 20 4. Cuerpo moldeado, pieza en bruto o pieza moldeada dental según una de las reivindicaciones anteriores, en el que el polvo de cerámica oxidada contiene  $\text{ZrO}_2$ .
- 25 5. Cuerpo moldeado, pieza en bruto o pieza moldeada dental según una de las reivindicaciones anteriores, en el que el polvo de cerámica oxidada está dopado con unos óxidos estabilizantes de Ce, Y, Al, Ca y/o Mg.
- 30 6. Cuerpo moldeado, pieza en bruto o pieza moldeada dental según una de las reivindicaciones anteriores, que es policromático.
- 35 7. Cuerpo moldeado, pieza en bruto o pieza moldeada dental según la reivindicación 6, en el que el policromatismo se genera por medio de unas capas coloreadas de forma diferente.
- 40 8. Cuerpo moldeado, pieza en bruto o pieza moldeada dental según la reivindicación 7, que presenta por lo menos 2 y preferentemente hasta 8 capas coloreadas de forma diferente.
- 45 9. Cuerpo moldeado, pieza en bruto o pieza moldeada dental según una de las reivindicaciones anteriores obtenible mediante un procedimiento, en el que
  - a) un polvo de óxido se recubre con una sustancia colorante en el lecho fluidizado,
  - b) el polvo recubierto, opcionalmente, se clasifica y, opcionalmente, se rellena en un molde de prensado,
  - c) el polvo coloreado se prensa para dar un cuerpo moldeado, y
  - d) el cuerpo moldeado prensado se sinteriza para dar una pieza en bruto y
  - e) opcionalmente, se conforma la pieza moldeada dental a partir de la misma.
- 50 10. Cuerpo moldeado, pieza en bruto o pieza moldeada dental según la reivindicación 9 obtenible mediante un procedimiento, en el que después de la etapa a) unos polvos de óxido sin colorear adicionales se recubren con por lo menos una sustancia colorante adicional y a continuación, se rellenan en un molde de prensado.
- 55 11. Cuerpo moldeado, pieza en bruto o pieza moldeada dental según la reivindicación 9 o 10 obtenible mediante un procedimiento, en el que el polvo de óxido presenta un diámetro de grano medio comprendido entre 1 y 100  $\mu\text{m}$ , preferentemente entre 30 y 80  $\mu\text{m}$ .
- 60 12. Cuerpo moldeado, pieza en bruto o pieza moldeada dental según una de las reivindicaciones 9 a 11 obtenible mediante un procedimiento, en el que para la fabricación de los cuerpos moldeados y de las piezas en bruto se utiliza un polvo, que consiste en del 98,0 al 99,9999% en peso por polvo de  $\text{ZrO}_2$  a escala nanométrica.
- 65 13. Cuerpo moldeado, pieza en bruto o pieza moldeada dental según la reivindicación 12 obtenible mediante un procedimiento en el que el polvo de  $\text{ZrO}_2$  a escala nanométrica tiene un área superficial específica  $\geq 100 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$  y el polvo utilizado para la fabricación de los cuerpos moldeados y las piezas en bruto contiene además del 0,0001 al 2% en peso de un componente oxídico adicional.
- 70 14. Cuerpo moldeado, pieza en bruto o pieza moldeada dental según la reivindicación 13, obtenible mediante un procedimiento, en el que como componente oxídico adicional se utilizan un compuesto de  $\text{ZrO}_2$  con un área superficial específica  $< 100 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ , un compuesto de  $\text{ZrO}_2$  coloreado o un óxido colorante o una mezcla de óxidos colorantes.
- 75 15. Utilización de un cuerpo moldeado, pieza en bruto o pieza moldeada dental según una de las reivindicaciones 1 a 14 para la fabricación de piezas para restauraciones dentales.