

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 633 967**

51 Int. Cl.:

**A61C 13/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **11.09.2009 PCT/IB2009/053993**

87 Fecha y número de publicación internacional: **18.03.2010 WO10029515**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.09.2009 E 09787184 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.04.2017 EP 2331009**

54 Título: **Bloque de cerámica de material compuesto**

30 Prioridad:

**12.09.2008 FR 0856164**

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

**26.09.2017**

73 Titular/es:

**SADOUN, MICHAEL (100.0%)  
60 rue Claude Bernard  
75005 Paris, FR**

72 Inventor/es:

**SADOUN, MICHAEL**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

ES 2 633 967 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**

Bloque de cerámica de material compuesto

5 Campo técnico

La invención se refiere a un procedimiento de fabricación de un bloque de material compuesto destinado a la fabricación de una prótesis dental y a un procedimiento de fabricación de una prótesis dental. La invención se refiere también a un bloque de material compuesto y a una prótesis dental obtenidos o susceptibles de ser obtenidos mediante tales procedimientos.

Estado de la técnica

15 Se conocen bloques de material compuesto que comprenden un soporte poroso, generalmente de material cerámico sinterizado, y una resina que rellena, al menos parcialmente, los intersticios del soporte.

Para fabricar tal bloque compuesto, se infiltra resina en estado líquido en los poros accesibles, o “abiertos”, del soporte, generalmente por capilaridad. Después del endurecimiento de la resina, el bloque compuesto obtenido se mecaniza con la forma definitiva deseada, clásicamente por “diseño y mecanizado asistido por ordenador” o CAD-CAM (“Computer Aided Design – Computer Aided Machining”).

20 Procedimientos de fabricación de bloques de material compuesto se describen en particular en los documentos siguientes: US 5,869,548, US 5,843,348, US 5,250,352, EP 0 241 384, WO93/07846, EP 2 725 358, EP 0 240 643, FR 2 904 306, EP 0 701 808 o US 7,294,392.

25 El documento WO 2005/042623 describe un procedimiento para preparar un extruido.

La solicitud GB 911549 describe un procedimiento de fabricación de una prótesis dental de material compuesto en la que se introduce una resina en un soporte poroso. La resina y su soporte se moldean después y se endurecen bajo una presión destinada a compensar los efectos de retracción de la resina.

30 La solicitud CH 511599 se refiere a un procedimiento de fabricación de una prótesis dental compuesta de un soporte moldeado poroso de porcelana dental relleno de una resina endurecible. Un agente aglutinante organosilícico susceptible de reaccionar con la porcelana dental y la resina se introduce en el soporte poroso a fin de limitar la retracción de la resina durante su endurecimiento.

La solicitud WO 00/40206 describe una prótesis dental compuesta de un soporte poroso en el que se introduce una resina endurecible, siendo el conjunto soporte-resina fabricado en condiciones de presión y de temperatura que minimizan los efectos de retracción de la resina.

40 El documento US 6 203 911 describe una composición de polímero moldeable.

El documento US 6 271 282 describe un material de restauración dental. Indica que una capa de vidrio puede presentar una dureza Knoop comprendida entre aproximadamente 300 y 600 KHN.

45 Los bloques de material compuesto fabricados según los procedimientos actuales presentan no obstante una resistencia mecánica insuficiente. En particular, la resina tiende a desolidarizarse del soporte. Hasta ahora, esta baja resistencia mecánica ha impedido la explotación comercial de estos bloques compuestos para fabricar unas prótesis dentales.

50 Un objetivo de la invención es proporcionar un nuevo procedimiento que permite mejorar las propiedades de los bloques de material compuesto, en particular aumentando su resistencia mecánica.

Resumen de la invención

55 Según la invención, se alcanza este objetivo mediante un procedimiento de fabricación de un bloque de material compuesto destinado a la fabricación de una prótesis dental, comprendiendo este procedimiento las etapas siguientes:

60 a) infiltrar un soporte poroso mediante una resina en estado líquido;

b) endurecer la resina en estado líquido que impregna el soporte.

Este procedimiento es destacable por que, en la etapa b), la resina se somete a una presión superior a 300 bares.

65 Como se observará más en detalle a continuación en la descripción, un procedimiento según la invención permite

fabricar unos bloques de material compuesto que presentan una resistencia mecánica incrementada.

Sin estar ligado por esta teoría, el inventor explica los rendimientos obtenidos por el hecho de que la aplicación de la presión permitiría, más allá de la única compensación de la eventual retracción de la resina durante su endurecimiento, poner en compresión la resina en estado sólido, es decir crear un pretensado que aumenta la resistencia mecánica.

Preferentemente, se hace penetrar y endurecer en el soporte un volumen de resina en estado líquido  $V_L$  superior de al menos al 2%, preferentemente de al menos el 5%, preferentemente de al menos el 10%, incluso de al menos el 15%, al volumen  $V_P$  de los poros abiertos del soporte, siendo los volúmenes  $V_L$  y  $V_P$  medidos a una temperatura de 20°C y bajo una presión de 1 bar.

La resina en estado líquido infiltrada se puede someter en particular a una presión superior a 400 bares, preferentemente superior a 500 bares, superior a 1000 bares, superior a 2000 bares, superior a 3000 bares, superior a 4000 bares, incluso superior a 5000 bares. Estas altas presiones aumentan las masas volúmicas de la resina en estado líquido y del material que constituye el soporte. Sin embargo, la compresibilidad de la resina en estado líquido es superior a la del material que constituye el soporte. La cantidad de resina en estado líquido que es posible infiltrar, por unidad de volumen de los poros abiertos, es por lo tanto superior a la que sería posible infiltrar aplicando sólo presiones más bajas, y en particular a la presión atmosférica. A continuación en la descripción, salvo que se indique lo contrario, se designa por "presión" la alta presión mencionada anteriormente. Por defecto, la "presión" no designa por lo tanto la "presión atmosférica".

La presión debe ser ejercida sobre la resina infiltrada en el soporte mientras que está todavía en estado líquido y hasta que haya endurecido al menos parcialmente. Preferentemente, la totalidad de la resina en estado líquido que impregna el soporte se endurece antes del retorno a la presión atmosférica. Preferentemente, la presión se mantiene sustancialmente constante hasta que la totalidad de la resina infiltrada haya endurecido.

La presión puede también ser ejercida durante toda o parte de la fase de infiltración, lo que, ventajosamente, facilita la penetración de la resina en estado líquido, y permite por lo tanto la utilización de resinas más viscosas.

Preferentemente, la presión se ejerce de manera isostática o "uniaxial". Se pueden utilizar todos los procedimientos conocidos de puesta bajo presión.

Alternativamente a la puesta bajo presión descrita anteriormente o, preferentemente, complementariamente a esta puesta bajo presión, se prosigue la infiltración de resina en estado líquido, llegado el caso bajo presión, durante el endurecimiento de la resina ya infiltrada y, más preferentemente, se controla este endurecimiento de manera que se efectúa desde el interior del soporte hacia su periferia. Ventajosamente, la resina endurecida no se opone por lo tanto a la penetración de resina en estado líquido suplementaria dentro del soporte. Es así posible compensar la retracción de la resina durante su endurecimiento, y más allá poner en compresión la resina en estado sólido.

Para controlar el endurecimiento, es posible en particular actuar sobre uno o varios de los parámetros siguientes:

- la concentración de aceleración y/o de catalizador en la resina en estado líquido;
- la temperatura y la duración de mantenimiento a esta temperatura;
- la naturaleza química de la resina.

Preferentemente, las condiciones óptimas, y en particular la presión eventualmente utilizada en la etapa b) y eventualmente en la etapa a), son determinadas, en función de la resina y del soporte, por mediciones de homogeneidad de la microdureza, de la resistencia mecánica y de las propiedades ópticas.

Preferentemente, el soporte se conforma de manera que el bloque de material compuesto pueda ser mecanizado por un dispositivo CAD-CAM, en particular por un dispositivo de mecanizado tal como el sistema CELAY® de la compañía Mikrona o CEREC 3 de la compañía SIRONA. Llegado el caso, el soporte puede integrar uno o varios elementos que permiten su mantenimiento por tales dispositivos.

El soporte puede presentar la forma general de una prótesis de diente.

La invención no está limitada por la naturaleza química o la forma general del soporte, siempre que sea poroso y comprenda unos poros abiertos interconectados, incluso en su masa.

Preferentemente, el soporte presenta, antes de la infiltración, una porosidad abierta superior al 15%, medida según la norma ISO 5017.

Más preferentemente, el soporte presenta una porosidad abierta comprendida entre el 25% y el 50%. El mayor

diámetro de poros abiertos está comprendido preferentemente entre 0,2 micrones y 2 micrones. Unos soportes apropiados son, por ejemplo, comercializados por la compañía VITA ZAHNFABRIK.

El soporte puede presentar la forma de un diente.

5 El soporte puede ser de un material cerámico poroso. El soporte es preferentemente de un material sinterizado, seleccionado preferentemente entre un óxido metálico en forma de vitrocerámica, de vidrio o de cerámica, tal como el cuarzo, la alúmina o la mulita.

10 Más preferentemente, antes de la impregnación, el soporte presenta una densidad superior al 60% y/o inferior al 90%.

15 En un modo de realización particular, el soporte resulta de un sinterizado a una temperatura comprendida entre 1100 y 1400°C, durante un tiempo comprendido entre 2 y 10 horas, de un preforma a base de alúmina. La rampa de subida en temperatura puede estar, por ejemplo, comprendida entre 60°C y 300°C/hora.

La resina puede ser un monómero o una mezcla de monómero. Preferentemente, la resina en estado líquido comprende sólo una mezcla de monómero y un catalizador.

20 Preferentemente, la resina es quimio-polimerizable, termopolimerizable, o termoplástica.

La resina se puede seleccionar en particular entre las resinas polimerizables descritas en los documentos US 5.869.548, US 5.843.348 y EP 0 701 808.

25 Preferentemente, la resina se selecciona de la lista siguiente:

30 - una resina monomérica quimiopolimerizable o termopolimerizable, preferentemente una resina viniléster o acrílica. La resina se puede seleccionar en particular del grupo formado por el 2-hidroxietilmetacrilato, CAS 868-77-9 (HEMA), el tetraetilenglicol dimetacrilato CAS 109-17-1 (TEGDMA), el 2,2-bis-(4-(2-hidroxí-3-metacrilóiloxi-propoxi)fenil)propano, CAS 1565-94-2 (BIS-GMA), el uretano dimetacrilato 1,6-bis(metacrilóxi-2etoxicarbonilamino)-2,4,4-trimetilhexano, (UDMA) CAS 72869-86-4, el etilenglicol-dimetacrilato (EGDMA), el dietilenglicol-dimetacrilato (DEGDMA), el Bisfenol A-dimetacrilato, CAS 109-17-1 (BADMA);

35 - una resina termoplástica, seleccionada en particular entre los poliésteres saturados, y en particular el polietileno tereftalato (PET), y el poli(1,4-butileno tereftalato), CAS 24968-12-5 (PBT), los policarbonatos Poli(bisfenol A carbonato), CAS 25037-45-0 (PC), el bisfenol A-carbonato, y las poliamidas.

La naturaleza de la resina no es limitativa.

40 En un modo de realización preferido, la resina en estado líquido no comprende partículas que presentan un tamaño superior a 0,1 mm, superior a 0,5 mm, o superior a 1 mm.

En un modo de realización, la resina en estado líquido no comprende pigmento (partícula de tamaño nanométrico), incluso ninguna partícula sólida.

45 Para facilitar la penetración de la resina en estado líquido, es preferible en efecto que presente una viscosidad baja. En particular, no debería presentar una naturaleza pastosa.

50 Para catalizar los materiales de impregnación quimiopolimerizables, es posible utilizar unos peróxidos, y en particular el dibenzoilperóxido, CAS 94-36-0, el metil etilcetona peróxido, CAS 1338-23-4, el Di-terc-amilperóxido, CAS 10508-09-5, el Di-terc-butylperóxido, CAS 110-05-4, o el cumeno hidroperóxido, CAS 80-15-9.

55 Para acelerar el endurecimiento con dibenzoilperóxido, CAS 94-36-0, es posible utilizar la dimetil-anilina (DMA), la dietil-anilina (DEA) o la dimetil-para-toluidina (DMPT). Para acelerar el endurecimiento con el metil etilcetona peróxido, CAS 1338-23-4, es posible utilizar en particular el cobalto (II) 2-etilhexanoato.

Llegado el caso, el bloque de material compuesto se somete a un tratamiento térmico adaptado para perfeccionar la polimerización, por ejemplo de 100°C durante una hora.

60 Después del endurecimiento de la resina, se obtiene un bloque de material compuesto cuya dureza puede superar 140 Vickers, lo que es ampliamente superior a la dureza de los bloques de material compuesto actuales, de aproximadamente 60 Vickers.

65 La invención se refiere también a un procedimiento de fabricación de una prótesis dental que comprende una operación de mecanizado de un bloque de material compuesto fabricado según un procedimiento conforme a la invención. El soporte se mecaniza así hasta su forma definitiva después de la incorporación de la resina.

La invención se refiere también a un bloque de material compuesto y a una prótesis dental fabricados o que pueden fabricarse según un procedimiento conforme a la invención.

5 Preferentemente, un bloque de material compuesto según la invención presenta una dureza superior a 100 Vickers, preferiblemente superior a 120 Vickers, incluso superior a 140 Vickers.

10 Preferentemente, un bloque de material compuesto según la invención presenta un módulo elástico de Young superior a 25 GPa, medido según la norma ISO 10 477 y/o un módulo en flexión de tres puntos superior a 120 MPa, medido según la norma ISO 6 872.

#### Definiciones

15 Por "prótesis dental" se entiende de manera general cualquier pieza destinada a colocarse en la dentadura de un paciente con el objetivo de restaurarla en su totalidad o en parte en su forma natural.

20 Es así que las prótesis dentales fabricadas según la invención pueden ser, por ejemplo, unas chapas periféricas o coronas que se colocan sobre el muñón de un diente natural, o bien unas prótesis generalmente diseñadas bajo los términos de "inlay" y "onlay" que están destinadas a reconstruir una alteración parcial de un diente rellenando la cavidad resultante de la pérdida de sustancia del diente por una pieza de misma forma realizada por la prótesis, o también unos puentes que son unas prótesis que se apoyan simultáneamente sobre las partes que subsisten de al menos dos dientes o que compensan eventualmente uno o varios de los dientes que faltan.

25 En función de la naturaleza de la prótesis dental fabricada, un bloque de material compuesto según la invención puede hacerse unirse a otras piezas, por ejemplo de una base metálica.

#### Descripción detallada

30 Según la técnica anterior, una resina en estado líquido rellena el volumen poroso abierto  $V_P(1)$  por capilaridad, clásicamente a presión ambiente. El volumen de resina en estado líquido infiltrado en el soporte,  $V_L(1)$  es por lo tanto sustancialmente igual al volumen poroso abierto  $V_P(1)$  a presión ambiente.

35 Al endurecerse, la resina se retrae de manera que el volumen ocupado por la resina en estado sólido  $V_M(1)$  es inferior al volumen poroso abierto  $V_P(1)$ . Por ejemplo, la retracción que resulta de una polimerización a temperatura ambiente puede llevar clásicamente a una disminución del volumen ocupado por la resina comprendida entre el 6% y el 15% de su volumen inicial.

40 Tienen lugar tensiones elevadas en tracción en la interfaz entre la resina y la superficie del soporte que define los poros, lo que lleva a un desprendimiento de la resina y por lo tanto a una reducción de la duración de vida de la prótesis dental, haciéndola inapropiada para la comercialización.

45 Según la invención, preferentemente, se crea un vacío en el soporte antes del principio de la infiltración de la resina en estado líquido. Este vacío corresponde preferentemente a una presión inferior a 200 mbares, preferentemente inferior a 100 mbares. Ventajosamente, el vacío favorece la penetración de la resina en estado líquido.

50 La infiltración de la resina en estado líquido se puede efectuar a presión atmosférica o bajo una presión superior a la presión atmosférica. Una infiltración a presión atmosférica es ventajosamente simple de realizar, pero requiere la utilización de una resina en estado líquido de baja viscosidad. También es posible una infiltración bajo una presión superior, y puede incluso ser necesaria si la resina en estado líquido presenta una viscosidad demasiado elevada. Sea cual sea la presión a la que se efectúa la infiltración, es necesario, en un modo de realización preferido de la invención, someter a una alta presión, superior a 300 bares, la resina en estado líquido que ha penetrado en el soporte, al menos hasta que una parte, y preferentemente la totalidad, de esta resina se haya endurecido.

55 La diferencia de compresibilidad entre los materiales utilizados para el soporte y para la resina en estado líquido permite ventajosamente infiltrar un volumen suplementario de resina en estado líquido superior al que es posible infiltrar a presión atmosférica. Haciendo endurecer bajo presión la resina en estado líquido, se vuelve así posible, después de volver a la presión atmosférica, crear unas pretensiones que tienden a comprimir la resina. Esto da como resultado una resistencia mecánica considerablemente mejorada.

60 Por otro lado, todavía según un modo de realización preferido de la invención, y en particular cuando el endurecimiento es relativamente lento, el endurecimiento de la resina se controla con el fin de efectuarse desde el interior hacia el exterior del soporte. Dicho de otra manera, la resina ya endurecida no se opone a la infiltración de resina suplementaria, lo que permite compensar la disminución del volumen ocupado por la resina infiltrada debido a su endurecimiento.

65 La resina puede ser en particular una resina quimiopolimerizable, clásicamente mezclada con un catalizador y con

un acelerador, infiltrada por ejemplo con una presión de 500 bares y a una temperatura comprendida entre 80°C y 100°C.

5 La resina puede también ser una resina termoplástica infiltrada por ejemplo bajo una presión isoestática de 2500 bares, a 250°C, en un soporte previamente puesto al vacío y calentado a 250°C. La resina termoplástica puede también infiltrarse, por ejemplo, a una presión de 3500 bares, a una temperatura de 300°C, en un soporte previamente puesto al vacío y calentado a una temperatura de 300°C.

10 Para controlar el endurecimiento son posibles diferentes métodos en función de la resina utilizada.

10 Por ejemplo, cuando la resina es quimiopolimerizable, es posible añadir una cantidad de acelerador variable. Al principio de la infiltración, por ejemplo, se puede infiltrar una resina que comprende una cantidad elevada de acelerador, y después, a medida que avanza la infiltración, disminuir la concentración de acelerador de la resina infiltrada.

15 La naturaleza de la resina puede también ser variable. Por ejemplo, es posible, al principio de la infiltración, infiltrar una primera resina termopolimerizable a una primera temperatura, después infiltrar una segunda resina termopolimerizable a una segunda temperatura superior a la primera temperatura. Por ejemplo, la infiltración puede empezar con peróxido de benzoilo, polimerizable a 80°C, después proseguirse con di-t-butil-1,2,1-peróxido o di-t-amil-1,4,2-peróxido o también comil-1,8,8-peróxido, polimerizables a 120°C. Para controlar el endurecimiento, basta entonces con calentar el soporte a una temperatura comprendida entre 80°C y 120°C, por ejemplo 90°C, a fin de endurecer sólo la primera resina, en el núcleo del soporte, después calentar este soporte a más de 120°C a fin de endurecer la segunda resina en la periferia. Es ventajosa una infiltración bajo una presión de aproximadamente 2000 bares.

25 En una variante, es posible infiltrar en primer lugar en el núcleo del soporte una resina quimiopolimerizable, por ejemplo una primera resina mezclada con un catalizador y con un acelerador, y después, en su periferia, una resina termopolimerizable, por ejemplo una segunda resina mezclada con un catalizador. Se puede efectuar entonces el endurecimiento de la resina periférica, por calentamiento, por ejemplo entre 80°C y 100°C, después del endurecimiento de la resina dispuesta en el núcleo del soporte. Es ventajosa una infiltración bajo presión de aproximadamente 1500 bares.

30 Toda la resina infiltrada se endurece preferentemente antes del retorno a la presión ambiente. Este retorno a la presión ambiente se acompaña de una expansión de los volúmenes del soporte y de la resina en estado sólido.

35 A diferencia de los bloques fabricados según las técnicas anteriores, el bloque de material compuesto obtenido no presenta tensiones mecánicas que tienen a desprender la resina del soporte (tensiones de tracción sobre la resina). Por el contrario, preferentemente, se determina el "sobrevolumen" de resina infiltrada y endurecida en función de la resina y del soporte para crear una pretensión, es decir una presión permanente entre resina en estado sólido y el soporte. Dicho de otra manera, preferentemente, la resina en estado sólido está comprimida por el soporte sinterizado. La resistencia mecánica del bloque de material compuesto se encuentra considerablemente incrementada.

40 Además, las propiedades ópticas del bloque de material compuesto lo hacen muy adaptado para una utilización como prótesis dental, después de un eventual mecanizado final.

45 Un procedimiento de fabricación de una prótesis dental de material compuesto según la invención puede comprender las etapas siguientes:

- 50 1) preparación de un soporte poroso;
- 2) opcionalmente, rectificación de la forma del soporte poroso;
- 55 3) opcionalmente, tratamiento de silanización en la superficie de los poros abiertos del soporte poroso;
- 4) impregnación del soporte poroso con una resina en estado líquido;
- 5) endurecimiento de la resina en estado líquido infiltrada en el soporte poroso, opcionalmente seguido de un tratamiento térmico de consolidación;
- 60 6) moldeado final.

En la etapa 1), se pueden utilizar los procedimientos de fabricación de los soportes porosos actuales, y en particular los descritos en los documentos citados anteriormente. Preferentemente, el soporte poroso es tal como se ha descrito anteriormente.

5 El tratamiento de silanización, en la etapa 3), está destinado a aumentar la humectabilidad de la superficie de los poros por la resina en estado líquido, y en particular destinado a hacer esta superficie más hidrófoba. Preferentemente, este tratamiento de silanización comprende una silanización mediante alcoxisilano, alosilano, preferentemente 3-metacriloxipropiltrimetoxisilano. Después de la aplicación del agente de silanización, el soporte se seca, preferentemente a una temperatura comprendida entre 100°C y 200°, clásicamente durante varias horas.

El tratamiento de silanización se puede efectuar, por ejemplo, conforme al procedimiento descrito en el documento US 5,869,548.

10 Las etapas 4) y 5) corresponden a las etapas a) y b) de un procedimiento de fabricación de un bloque de material compuesto según la invención, tal como se ha descrito anteriormente.

#### Ejemplos

15 Se proporcionan los ejemplos siguientes con fines ilustrativos y no limitativos.

#### Ejemplo 1

20 El soporte poroso resulta de un sinterizado a 1050°C, durante 2 horas, de una preforma formada a partir de un polvo de vidrio de aluminosilicato alcalino cuyo tamaño de las partículas está comprendido entre 5 y 20 micrones. Después del sinterizado, el soporte presenta una densidad del 60%.

El soporte poroso ha sufrido sucesivamente

25 - un tratamiento de silanización por una solución que presenta la composición siguiente, en porcentajes máxicos:

Metoxipropanol: 93,8%

30 Agua: 5%

Ácido acético: 0,2%

Silano: 1%

35 - un secado a 150°C durante 4 horas;

- una puesta al vacío;

40 - una infiltración de una resina a una temperatura de 20°C bajo una presión de 500 bares, durante 15 minutos, siendo la composición máxica de esta resina la siguiente:

BIS-GMA :	60%
TEGDMA :	39,36%
Peróxido de metiletilcetona:	0,6%
Octoato de cobalto:	0,04%

- un calentamiento todavía bajo una presión de 500 bares, durante 2 horas a 60°C.

45 En la práctica, es posible, después de la operación de silanización, disponer la estructura porosa en un molde de látex, realizar un vacío, por ejemplo hasta una presión de aproximadamente 100 mbares, y después introducir la resina en estado líquido bajo vacío y cerrar el molde. El molde así cerrado puede entonces introducirse en un recipiente o en un autoclave en el que se somete progresivamente a la presión de 500 bares. La presión se mantiene entonces hasta el equilibrio. El molde puede después sufrir el calentamiento de consolidación, antes del enfriamiento y retorno a la presión atmosférica.

#### Ejemplo 2

55 El soporte poroso resulta de un sinterizado a 1150°C, durante 2 horas, de una preforma formada a partir de un polvo de vitrocerámica litio de silicato cuyo tamaño de partículas está comprendido entre 1 y 20 micrones. Después del sinterizado, el soporte presenta una densidad del 65%.

El soporte poroso ha sufrido sucesivamente

60 - un tratamiento de silanización y un secado idénticos a los del ejemplo 1;

- una puesta al vacío;

- una infiltración por capilaridad de una primera resina a una temperatura de 20°C bajo una presión de 1 bar (al aire libre), durante 10 minutos, siendo la composición másica de esta primera resina la siguiente:

EBADMA Ethoxylated-bisphenol A-dimethacrylate CAS 41637-38-1	99,12%
Peróxido de benzoilo:	0,8 %
DMPT :	0,08 %

5 - una inmersión en una segunda resina con aplicación de una presión de 1000 bares en la superficie de esta resina, durante 20 minutos a una temperatura de 20°C, siendo la composición en peso de esta segunda resina la siguiente:

UDMA:	80%
TEGDMA:	19,192%
Benzoilo peróxido:	0,8%
DMPT:	0,04%

10 - una puesta bajo presión de 1000 bares, durante 1 hora, después

- un calentamiento durante 1 hora a 80°C;

- un enfriamiento hasta temperatura ambiente;

15 - una reducción de la presión hasta presión ambiente.

#### Ejemplo 3

20 El soporte poroso resulta de una sinterización a 1100°C, durante 2 horas, de una preforma formada a partir de un polvo de vidrio de aluminosilicato alcalino cargado de cristales de albita  $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ , cuyo tamaño de partículas es de aproximadamente 10 micrones. Después de la sinterización, el soporte presenta una densidad del 72%.

El soporte poroso ha sufrido sucesivamente

25 - un tratamiento de silanización y un secado idénticos a los del ejemplo 1;

- una puesta al vacío;

30 - una infiltración por capilaridad de una primera resina quimiopolimerizable, a una temperatura de 20°C, bajo presión de 500 bares, durante 15 minutos, siendo la composición másica de esta primera resina la siguiente:

UDMA:	98,95%
MEKP:	1%
Octoato de cobalto:	0,05%

35 - una inmersión de una segunda resina termopolimerizable, con aplicación de una presión de 2000 bares, por medio de agua, en la superficie de esta resina, durante 30 minutos a una temperatura de 40°C, siendo la composición en peso de esta segunda resina la siguiente:

UDMA:	98%
MEKP:	2%

40 - un calentamiento, todavía bajo una presión de 2000 bares, durante 2 horas a 100°C;

- un enfriamiento hasta temperatura ambiente;

- una reducción de la presión hasta presión ambiente.

#### 45 Ejemplo 4

El soporte poroso resulta de una sinterización a 1200°C, durante 2 horas, de una preforma formada a partir de un polvo de cerámica y cuarzo  $\text{SiO}_2$ , cuyo tamaño de partículas está comprendido entre 0,1 y 10 micrones. Después de la sinterización, el soporte presenta una densidad del 78%.

50 El soporte ha sufrido sucesivamente

- un tratamiento de silanización y un secado idénticos a los del ejemplo 1;

## ES 2 633 967 T3

- una puesta al vacío;

- 5 - una infiltración por capilaridad a una presión de 1 bar de una primera resina termopolimerizable (mezcla de monómero), a una temperatura de 40°C, siendo la composición másica de esta primera resina la siguiente:

EBADMA	99%
Ethoxylated-bisphenol A-dimethacrylate (CAS 41637-38-1)	
Peróxido de benzoilo:	1%

- dejar en espera, al aire libre, durante 20 minutos,

- 10 - una inmersión en una segunda resina termopolimerizable, con aplicación de una presión de 3000 bares en la superficie de esta resina, durante 15 minutos, siendo la composición en peso de esta segunda resina la siguiente:

BIS-GMA :	80%
TREGDMA :	18%
Di-T-BUTILPERÓXIDO:	2%

15 - un calentamiento, todavía bajo una presión de 5000 bares, durante 1 hora a 90°C;

- un calentamiento, todavía bajo una presión de 5000 bares, durante 1 hora a 130°C;

- un enfriamiento hasta temperatura ambiente;

- 20 - una reducción de la presión hasta presión ambiente.

### Ejemplo 5

- 25 El soporte poroso resulta de una sinterización a 1500°C, durante 2 horas, de una preforma formada a partir de un polvo de mulita ( $3(\text{Al}_2\text{O}_3).2(\text{SiO}_2)$ ), cuyo tamaño de partículas está comprendido entre 0,1 y 10 micrones. Después de la sinterización, el soporte presenta una densidad del 76%.

El soporte ha sufrido, sucesivamente

- 30 - una puesta al vacío;

- una puesta en contacto con gránulos de polímero de polietileno tereftalato amorfo,

- 35 - un calentamiento a 250°C hasta la humectación de toda la superficie de la preforma con el polímero en estado líquido;

- aplicación de una presión de 3000 bares, por medio de gas (aire o aire-argón), durante 60 minutos, a una temperatura de 250°C;

- 40 - un enfriamiento hasta la temperatura ambiente;

- una reducción de la presión hasta la presión ambiente.

### Ejemplo 6

- 45 El soporte poroso resulta de una sinterización a 1300°C, durante 2 horas, de una preforma formada a partir de un polvo de alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), cuyo tamaño de partículas está comprendido entre 0,1 y 30 micrones. Después de la sinterización, el soporte presenta una densidad del 84%.

- 50 El soporte ha sufrido sucesivamente

- una puesta al vacío;

- una puesta en contacto con gránulos de policarbonato (bisfenol-A-carbonato),

- 55 - un calentamiento a 300°C, al vacío, durante 30 minutos, a fin de humidificar y recubrir toda la superficie de la preforma con el policarbonato en estado líquido;

- aplicación de una presión de 2000 bares, por medio de gas (aire o aire-argón), durante 30 minutos, con

mantenimiento de la temperatura a 300°C;

- un enfriamiento hasta la temperatura ambiente;

5 - una reducción de la presión hasta la presión ambiente.

Por supuesto, la invención no está limitada a los modos de realización descritos y representados. En particular, la infiltración de resina en estado líquido se puede limitar a una región limitada del soporte, y en particular limitarse a su región periférica.

10

Mediante la expresión “que comprende un”, se entiende “que comprende al menos un”.

**REIVINDICACIONES**

1. Procedimiento de fabricación de un bloque de material compuesto destinado a la fabricación de una prótesis dental, comprendiendo dicho procedimiento las etapas siguientes:
- 5 a) infiltrar un soporte de un material cerámico poroso mediante una resina en estado líquido;
- b) endurecer la resina en estado líquido que impregna el soporte;
- 10 caracterizado por que, en la etapa b), la resina en estado líquido se somete a una presión superior a 300 bares, y por que se hace penetrar y endurecer en el soporte un volumen de resina en estado líquido superior en al menos un 2% al volumen de los poros abiertos del soporte, midiéndose dichos volúmenes a una temperatura de 20°C y bajo una presión de 1 bar.
- 15 2. Procedimiento según la reivindicación anterior, en el que dicho volumen de resina en estado líquido es superior en al menos un 10% a dicho volumen de los poros abiertos.
3. Procedimiento según la reivindicación anterior, en el que dicho volumen de resina en estado líquido es superior en al menos un 15% a dicho volumen de los poros abiertos.
- 20 4. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dicha presión es superior a 2000 bares.
5. Procedimiento según la reivindicación anterior, en el que dicha presión es superior a 4000 bares.
- 25 6. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el soporte poroso es de un material sinterizado, y presenta una porosidad abierta superior al 15% e inferior al 50%, y tiene la forma de un diente.
- 30 7. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que, previamente a la infiltración, se crea un vacío en el soporte.
8. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que se continúa la infiltración de resina en estado líquido, llegado el caso bajo presión, durante el endurecimiento de la resina en estado líquido ya infiltrada y se controla el endurecimiento de dicha resina en estado líquido ya infiltrada de manera que se efectúa desde el interior del soporte hacia su periferia.
- 35 9. Procedimiento según la reivindicación anterior, en el que, para controlar dicho endurecimiento, se actúa sobre uno o varios de los parámetros siguientes:
- 40 - la concentración de acelerador o de catalizador en la resina en estado líquido;
- la temperatura y/o el tiempo de mantenimiento a esta temperatura;
- 45 - la naturaleza química de la resina.
10. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la totalidad de la resina en estado líquido que impregna el soporte se endurece antes del retorno a la presión atmosférica.
- 50 11. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la resina en estado líquido es quimiopolimerizable, termopolimerizable o termoplástica.
12. Procedimiento de fabricación de una prótesis dental que comprende una operación de mecanizado de un bloque de material compuesto fabricado según un procedimiento conforme a una cualquiera de las reivindicaciones anteriores.
- 55 13. Bloque de material compuesto destinado a la fabricación de una prótesis dental, fabricado según un procedimiento conforme a una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, y que presenta una dureza superior a 100 Vickers.
- 60 14. Bloque de material compuesto según la reivindicación inmediatamente anterior, que presenta un módulo elástico de Young superior a 25 GPa, medido según la norma ISO 10 477 y/o un módulo en flexión de tres puntos superior a 120 MPa, medido según la norma ISO 6 872 y/o una dureza superior a 140 Vickers.