

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 676 249**

51 Int. Cl.:

A61L 27/30 (2006.01)
A61C 8/00 (2006.01)
C23C 24/08 (2006.01)
C23C 26/00 (2006.01)
C23C 30/00 (2006.01)
A61L 27/56 (2006.01)
A61F 2/30 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **08.08.2007 PCT/EP2007/007023**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **14.02.2008 WO08017472**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.08.2007 E 07801561 (7)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.04.2018 EP 2051659**

54 Título: **Procedimiento para la producción de una capa superficial cerámica porosa**

30 Prioridad:

08.08.2006 DE 102006037067

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
18.07.2018

73 Titular/es:

**METOXIT AG (100.0%)
Emdwiesenstrasse 6
8240 Thayngen, CH**

72 Inventor/es:

**KÖBEL, STEFAN;
WEBER, WOLFRAM y
RIEGER, WOLFHART**

74 Agente/Representante:

VÁZQUEZ FERNÁNDEZ-VILLA, Concepción

ES 2 676 249 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 producción de una capa superficial cerámica porosa

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de una capa superficial cerámica porosa para un implante.

10 Los implantes tienen una importancia cada vez mayor en la medicina actual. Hay implantes en las más diversas formas de realización, tales como implantes médicos (marcapasos, implantes articulares, implante dental), implantes de cirugía plástica (implante de mama), implantes funcionales con chips de RFID.

15 En principio, el cuerpo reconoce los implantes como cuerpos extraños. A este respecto, puede producirse el caso de que el cuerpo encapsule un implante y por ejemplo no se produzca una unión que pueda someterse a carga mecánica entre el hueso y el implante.

20 En el estado de la técnica se consigue mediante una selección adecuada del material de implante, que tejidos, por ejemplo células óseas, colonicen la superficie del implante. Este es el caso, por ejemplo, en las superficies de titanio o también en algunas superficies de implantes de cerámica de óxido. La capacidad de carga mecánica de una superficie límite que se produce a este respecto viene determinada esencialmente por su topografía, por lo que los implantes dentales de titanio están estructurados en su superficie.

25 A partir de investigaciones se conoce que los poros de la superficie tienen que presentar un determinado tamaño, para que se consiga una capacidad de carga mecánica óptima de la unión del implante con el hueso. Los poros en la superficie del implante se obtienen según el estado de la técnica por medio de un procedimiento de chorro de arena y un ataque químico posterior.

El documento EP1450722 describe un implante dental, que se vuelve rugoso con un procedimiento de abrasión hasta una profundidad de rugosidad de entre 4 y 20 micrómetros.

30 El documento DE19858501 describe un procedimiento para la bioactivación de superficies de implante cerámicas mediante el tratamiento con lejía.

35 Además, el documento WO 2005/02771 describe un procedimiento de dos etapas para aplicar una capa porosa sobre una superficie ya porosa.

40 El documento EP0607017 da a conocer un procedimiento para la producción de una capa superficial cerámica porosa sobre un implante, que comprende la aplicación de una mezcla de un polímero, un material cerámico y un disolvente sobre un sustrato. Sin embargo, los procedimientos conocidos por el estado de la técnica solo pueden extrapolarse de manera muy limitada a materiales de trabajo biocerámicos, en particular implantes cerámicos.

45 Por tanto, el objetivo de la presente invención es poner a disposición un procedimiento, que permita una producción de una capa superficial cerámica porosa sobre un implante, pudiendo conseguirse por medio del procedimiento una porosidad predefinida de la superficie de implante mediante la aplicación de una única capa directamente sobre el sustrato.

Este objetivo se alcanza mediante el procedimiento según la invención según la reivindicación 1.

Configuraciones ventajosas adicionales de la invención se indican en las reivindicaciones dependientes.

50 Según un primer aspecto de la presente invención está previsto un procedimiento para la producción de una capa (2) superficial cerámica porosa sobre un sustrato (1), presentando el procedimiento la etapa de aplicar una mezcla sobre el sustrato (1), comprendiendo la mezcla, entre otros:

55 al menos un polímero y

al menos un material cerámico.

60 Por una capa superficial cerámica porosa se entiende una capa que presenta una composición cerámica con porosidad y rugosidad predefinidas, para posibilitar con ello un "dentado" de tejido que se regenera con un implante, con lo que se produce una interconexión firme entre un tejido o un hueso y un implante. La capa superficial cerámica porosa es preferiblemente biocompatible, es decir, que se suelda de manera óptima con tejido o hueso que se regenera y por consiguiente no se rechaza por parte del cuerpo.

65 En la presente invención, la capa superficial porosa se obtiene tras un proceso de sinterización a partir de una mezcla.

Por una mezcla se entiende una sustancia que consiste en al menos dos sustancias. En este caso, la mezcla consiste entre otros en al menos un material cerámico y al menos un polímero. La mezcla se aplica sobre un sustrato y tras la sinterización se conforma una rugosidad superficial predefinida. Además, la mezcla contiene material cerámico o una cerámica.

5 Por un sustrato se entiende un material con ciertas propiedades de material, sobre el que se aplica la mezcla. El sustrato presenta propiedades de material predefinidas (rugosidad, coeficiente de dilatación térmica, composición química), para posibilitar una aplicación correspondiente y una unión posterior, conseguida mediante procesos de sinterización, con una capa superficial cerámica porosa. A este respecto, el sustrato comprende preferiblemente
10 materiales, tal como se utilizan para implantes, preferiblemente un material cerámico o una cerámica técnica del grupo de las cerámicas de óxido, tales como Al_2O_3 , ZrO_2 , ZTA, ATZ, MgO , espinela, biovidrio, cerámicas de nitruro, tal como Si_3N_4 , y cerámicas de carburo, tal como SiC , lo más preferiblemente ZrO_2 del tipo Y-TZP con una densidad de al menos $6,00\text{ g/cm}^3$. Preferiblemente, el sustrato presenta propiedades de material similares (constante reticular, coeficiente de dilatación térmica) a las de la capa superficial cerámica porosa.

15 La abreviatura ZTA representa "alúmina templada con circonia", que presenta por ejemplo una composición del 20% de ZrO_2 + el 80% de Al_2O_3 .

20 La abreviatura ATZ representa "circonia templada con alúmina", que presenta por ejemplo una composición del 80% de ZrO_2 + el 20% de Al_2O_3 .

25 Por un material cerámico se entienden materiales de trabajo cerámicos del grupo que incluye óxido de circonio y se utiliza para los campos de la técnica médica y de la técnica en general. Durante una operación de sinterización se produce la combinación de los grupos cristalinos individuales, que se encuentran en primer lugar en forma de polvo, con lo que se obtiene por ejemplo la alta solidez del material cerámico sinterizado. El material cerámico sinterizado se denomina también cerámica técnica.

30 Por una aplicación de la mezcla sobre el sustrato se entiende que la mezcla se pone en contacto con la superficie del sustrato, para producir una unión correspondiente entre ambas fases, es decir el sustrato y la mezcla.

35 Preferiblemente, la aplicación puede tener lugar de manera directa. Por una aplicación directa se entiende que la mezcla se aplica directamente sobre el sustrato y sin capas intermedias sobre el sustrato. Por consiguiente, la mezcla se encuentra en contacto directo con el sustrato, pudiendo interaccionar las moléculas o átomos individuales del sustrato directamente con las moléculas o átomos de la mezcla y pudiendo aprovecharse propiedades de material similares, tales como por ejemplo constantes reticulares para una unión óptima de la capa superficial cerámica porosa posterior sobre el sustrato.

40 En la presente invención, la mezcla comprende al menos un polímero y al menos un material cerámico, que pueden estar mezclados entre sí de tal manera que los componentes individuales están distribuidos casi uniformemente por unidad de volumen de su pesaje de manera correspondientemente estadística. A este respecto, un resultado mixto óptimo puede producirse preferiblemente porque el polímero se calienta hasta una temperatura predefinida (por ejemplo por debajo de $200^\circ C$) y a continuación se mezcla de manera adecuada con el material cerámico, pudiendo recurrirse a procedimientos de mezclado conocidos por el estado de la técnica.

45 La descomposición de la mayoría de los polímeros (excepción, los polímeros a base de flúor) es notable a partir de $200^\circ C$; esta temperatura depende de la presión parcial de oxígeno, de modo que los polímeros en condiciones pobres en oxígeno o libres de oxígeno (por ejemplo vacío) no se vuelven inestables hasta temperaturas superiores.

50 Por un polímero se entiende un compuesto químico que consiste en cadenas o moléculas ramificadas, que consisten en los mismos elementos o elementos similares (monómeros).

55 El polímero procede preferiblemente del grupo que comprende: polisacáridos, poli(alcoholes vinílicos), emulsiones de cera, PMMA, fibras de celulosa, fibras de polipropileno, preparaciones de sulfato de alcohol graso o una combinación de los mismos.

60 Polisacáridos, poli(alcoholes vinílicos) y emulsiones de cera son ejemplos típicos de aglutinantes temporales. El vidrio acrílico, fibras de celulosa, fibras de polipropileno y preparaciones de sulfato de alcohol graso son los formadores de poros preferidos según la invención. Los formadores de poros preferidos según la invención forman tras la operación de sinterización, tal como se describirá posteriormente, los poros en la capa superficial cerámica porosa, dado que se evaporan o descomponen durante la operación de sinterización.

A este respecto, es posible que en cada caso solo se añada un polímero a la mezcla o que se añada un gran número de diferentes polímeros a la mezcla.

65 Mediante la adición del polímero se obtiene la ventaja de que este presenta ciertas propiedades de material, tal como por ejemplo el tamaño de partícula del polímero en la mezcla, que tras las etapas de procedimiento

adicionales, tales como el secado y la sinterización, influye esencialmente en la propiedad de porosidad de la capa superficial cerámica sobre el implante.

A este respecto, el polímero actúa como formador de poros, dado que en el proceso de sinterización posterior, a una temperatura de preferiblemente 1400°C, se descompone o evapora el polímero en la capa superficial cerámica y permite que se produzca una capa superficial cerámica porosa libre de carbono elemental sobre el sustrato, en particular el implante. La temperatura de sinterización se ve influida por el material como tal, así como por su tamaño de grano. Cuanto más fino es el material, menor es la temperatura de sinterización. También puede reducirse esta temperatura mediante la incorporación dirigida de "aditivos de sinterización". Para ZrO₂ y Al₂O₃ se prefiere un intervalo de desde 1200 hasta 1600°C, se prefiere en particular desde 1350 hasta 1450°C.

Según la presente invención, la mezcla comprende además al menos un disolvente.

Como disolvente preferido se usa H₂O. Por tanto, el disolvente se añade a la mezcla, para mezclar el polímero de manera adecuada con el material cerámico y disolverlo parcialmente, manteniéndose el polímero en una forma dispersante, tal como se explicó anteriormente. Mediante la adición del disolvente (dispersante) a la mezcla se produce una dispersión. Esta presenta la ventaja de que la mezcla puede aplicarse de manera óptima en forma de una dispersión durante una operación de procesamiento en una operación de pulverización o de inmersión.

A continuación ya solo se usará el término dispersión en lugar del término mezcla, dado que a la mezcla se le añadió un disolvente.

Por una dispersión se entiende un sistema de dos o más fases, en el que una fase coherente (dispersante) contiene fases adicionales (agentes de dispersión, partículas).

En la dispersión, el polímero se encuentra preferiblemente en una emulsión o suspensión, siendo insoluble en el dispersante, es decir el polímero se encuentra en forma "esférica", en cierto modo como bolitas de polímero o partículas de polímero con un determinado tamaño de partícula, estando separadas las partículas de polímero individuales de tal manera que no forman una película coherente. Por consiguiente, en los espacios intermedios se encuentra el material cerámico.

Al añadir el disolvente se prefiere que el polímero no se caliente previamente. Sin embargo, también es posible calentarlo previamente y mezclarlo entonces con el material cerámico y disolvente.

Según un aspecto adicional de la presente invención se prefiere que la dispersión comprenda además al menos un agente de dispersión. Por un agente de dispersión se entienden fases adicionales en una dispersión, usándose en el procedimiento según la invención preferiblemente polielectrolitos libres de álcali, preparaciones de ácido carboxílico así como alcanolamina. El agente de dispersión sirve en primera línea para hacer la dispersión más hidrófila y por consiguiente para poder añadir más sólidos, es decir por ejemplo más material cerámico o aglutinantes inorgánicos, tal como se presentará todavía más adelante, a la dispersión, para que esta se mezcle de manera óptima y los componentes individuales se hayan disuelto mejor.

Se prefiere que para la fluidificación se use un agente fluidificante a base de polielectrolitos o preparaciones de ácido carboxílico. La fluidificación tiene lugar a través de interacciones electrofólicas. A través del contacto de los iones disociados del agente fluidificante con las partículas cerámicas en la dispersión se produce una compensación de la carga, que se produce en el sistema acuoso en la superficie de las partículas de materia prima. Las partículas que están presentes después pueden pasar fácilmente unas al lado de otras. Además siguen siendo eficaces las cargas estáticas de las partículas de materia prima, que provocan una repulsión de las partículas entre sí. Una reducción de la viscosidad es la consecuencia. Para la fluidificación y dispersión de no óxidos tales como carburo de silicio y nitruro de silicio se utilizan materias primas a base de alcanolaminas. Estos agentes fluidificantes actúan pseudocatióticamente. A través de la deposición del agente fluidificante en la superficie aniónica de la materia prima que debe fluidificarse se producen cargas del mismo signo, que tienen como consecuencia una repulsión de las partículas de materia prima entre sí. La distancia entre las partículas de materia prima aumenta, con lo que disminuye la viscosidad. La dispersión comprende además al menos un aglutinante inorgánico. El aglutinante inorgánico procede del grupo de los fosfatos (por ejemplo monofosfato de Al) o silicatos o representa una combinación de estos componentes. El aglutinante inorgánico provoca que tras todos los estadios del proceso de procesamiento, es decir de la aplicación de la dispersión sobre el sustrato, hasta el proceso de sinterización, la capa superficial cerámica porosa, es decir el producto final según la invención, alcance una alta solidez. Igualmente, el aglutinante inorgánico provoca que durante y tras el proceso de secado el material cerámico, es decir preferiblemente ZrO₂ del tipo Y-TZP, se adhiera mejor entre sí. El material cerámico procede del grupo que comprende: Y-TZP, ATZ. Y-TZP representa óxido de circonio tetragonal estabilizado sobre óxido de itrio (TZP = policristal de circonio tetragonal). El óxido de circonio no estabilizado ZrO₂ presenta a temperatura ambiente una estructura cristalina monoclinica y a temperaturas de más de 1170°C una estructura cristalina tetragonal. Dado que durante la transición de fase entre tetragonal y monoclinica se produce un plegado de la estructura reticular, lo que va asociado con un aumento de volumen de aproximadamente el 3%, se mezcla ZrO₂ puro con óxido de itrio, para evitar una destrucción posterior durante el proceso de sinterización. Y-TZP sirve en la dispersión según la invención

como material cerámico, que presenta propiedades comparables a las del material cerámico del implante. Y-TZP es tras el proceso de sinterización una cerámica técnica, cuyas propiedades químicas y físicas han dado hasta la fecha buen resultado en la cirugía de implantación.

5 Además, se prefiere que la mezcla o dispersión, que se aplica sobre el sustrato y a continuación se seca y se sinteriza, se aplique directamente sobre el sustrato, es decir sin una o varias capas intermedias. De este modo se obtiene la ventaja de que las propiedades de material del sustrato subyacente, como por ejemplo constantes reticulares, coeficiente de dilatación térmica, etc. pueden aprovecharse de manera óptima. Por consiguiente, por un
10 lado se produce una mejor retención de la capa superficial cerámica porosa sobre el sustrato y por otro lado una porosidad deseada.

Según un aspecto adicional de la presente invención, se prefiere que el procedimiento comprenda tras la etapa de aplicar la dispersión una etapa de secado.

15 La etapa de secado sirve preferiblemente para que la dispersión, que se aplicó directamente sobre el sustrato, pueda secarse correspondientemente tras el escurrimiento, para que tras un proceso de sinterización posterior se forme una capa superficial porosa y cerámica correspondiente. Para el secado, se introduce el sustrato en un dispositivo de secado conocido en el estado de la técnica y se seca durante un tiempo predefinido a una temperatura constante o que aumenta constantemente, que tras un cierto tiempo alcanza un valor máximo.

20 Según un aspecto adicional de la presente invención, se prefiere que la etapa de secado se realice a una temperatura de entre 20°C y 70°C, preferiblemente entre 40°C y 60°C, lo más preferiblemente a 50°C. De este modo se obtiene la ventaja de que el sustrato puede secarse de manera óptima con la dispersión aplicada sobre el mismo y de manera correspondiente a las propiedades de material.

25 El secado sirve en el procedimiento según la invención para la retirada del dispersante de la capa. A este respecto se prefiere aumentar la temperatura y reducir con ello la humedad relativa del aire del entorno. Si se calienta hasta temperaturas por encima del punto de evaporación del dispersante, entonces este se evapora. Además, la capa también puede liberarse mediante presión inferior del dispersante, porque la reducción de la presión provoca una
30 disminución de la temperatura de evaporación.

En el caso de una incorporación preferida del componente cerámico en un polímero líquido, calentado, se prefiere el siguiente sistema: un componente cerámico, por ejemplo Y-TZP, se incorpora con un formador de poros, por ejemplo PMMA, en un polímero, que es fácilmente soluble en CO₂ supercrítico. Este polímero actúa como dispersante de la cerámica y del formador de poros y puede eliminarse mediante lavado en una cámara de presión, que contiene CO₂ a alta presión. Una combinación de este tipo se prefiere igualmente con dispersantes poliméricos, que son solubles en agua, y que pueden eliminarse de manera análoga en el baño de agua.

35 Tales procesos se conocen en la técnica cerámica como desaglutinantes. Sin embargo, en la presente invención se utiliza un aglutinante inorgánico, que no puede eliminarse de esta manera.

40 Según la presente invención, el procedimiento presenta un proceso de sinterización. A este respecto, por un proceso de sinterización se entiende que el sustrato se lleva con la dispersión secada que se encuentra sobre el mismo a un dispositivo de sinterización correspondiente, tal como se conoce por el estado de la técnica para procesos de sinterización correspondientes.

45 A este respecto, se prefiere que el proceso de sinterización se realice a una temperatura de entre 1000°C y 2000°C, preferiblemente entre 1200°C y 1600°C, lo más preferiblemente entre 1350°C y 1450°C. Mediante el proceso de sinterización se descomponen o evaporan, tal como ya se explicó anteriormente, las partículas de polímero, que están incluidas en la capa de dispersión ahora secada sobre el sustrato, a una determinada temperatura. La temperatura de sinterización se adapta preferiblemente a la respectiva temperatura de evaporación del polímero, es decir la temperatura de sinterización se encuentra preferiblemente por encima de la temperatura de descomposición o de evaporación del polímero.

50 Según un aspecto adicional de la presente invención, se prefiere que el polímero que está presente en la dispersión tenga un tamaño de partícula predefinido, que se encuentra preferiblemente entre 10 micrómetros (µm) y 100 micrómetros, siendo de manera especialmente preferible entre 20 micrómetros y 50 micrómetros. A este respecto, por el tamaño de partícula del polímero se entiende el diámetro externo de la partícula de polímero. Además, se prefiere que un porcentaje predeterminado de los polímeros en la dispersión presente un determinado tamaño de partícula, es decir aparezca con una determinada distribución, que corresponde preferiblemente a una distribución de Gauß.

55 Durante la operación de sinterización se descomponen o se evaporan las bolitas de polímero que se encuentran en la dispersión solidificada.

65

A partir de una determinada temperatura se solidifica la dispersión para dar una estructura firme, se descomponen o se evaporan las bolitas de polímero y se producen en la capa cerámica poros, que se encuentran tanto en el interior de la capa cerámica como en la superficie.

5 Se producen poros próximos a la superficie, que permiten reconocer la geometría original de las bolitas de polímero. Mediante la geometría y el tamaño seleccionados correspondientemente (de 10 a 100 micrómetros) de las bolitas puede controlarse de manera dirigida el tamaño de poro que se produce posteriormente mediante el proceso de sinterización en la capa superficial. Es decir, cuanto mayor sea el diámetro de las bolitas de polímero, más rugosa se vuelve la superficie de la capa superficial cerámica porosa.

10 Según un aspecto adicional de la presente invención se prefiere que la aplicación de la dispersión tenga lugar por medio de una operación de inmersión, de una operación de pulverización o de una combinación de las mismas.

15 Por una operación de inmersión se entiende preferiblemente que el sustrato está sumergido completa o parcialmente en un recipiente con la dispersión introducida en el mismo, de modo que la dispersión puede humectar el sustrato completa o parcialmente.

20 Por una operación de pulverización se entiende preferiblemente que el sustrato se introduce o se coloca en un dispositivo adecuado, que permite una pulverización uniforme del sustrato con la dispersión.

Igualmente, en el caso de la aplicación de la dispersión sobre el sustrato puede tratarse de una combinación de operaciones de inmersión y de pulverización.

25 Siempre que debido a la composición de la mezcla o dispersión sea técnicamente necesario un secado adicional, dado que la capa por ejemplo no se seca suficientemente rápido en las condiciones del entorno, entonces el secado preferiblemente tiene lugar inmediatamente tras el recubrimiento.

30 Por consiguiente, las operaciones de inmersión y de pulverización correspondientes permiten aplicar la dispersión de una manera eficaz, así como económica y que ahorra tiempo. Además se da a conocer que a la dispersión se le pueden añadir adicionalmente componentes cerámicos adicionales. Estos componentes cerámicos pertenecen preferiblemente al grupo que comprende óxidos, hidróxidos, fosfatos y carbonatos y se encarga de una funcionalización adicional de la capa porosa. A este respecto, a la dispersión se le puede añadir adicionalmente un material cerámico, que reacciona químicamente con el aglutinante inorgánico y/o componentes adicionales de la dispersión. Además se da a conocer que a la dispersión se le pueden añadir adicionalmente sales solubles en el dispersante. Estas sales forman durante el secado y la sinterización posterior sustancias que fomentan la biocompatibilidad del recubrimiento, su curado o también sus propiedades en general (su solidez, adherencia al sustrato, etc.). Además se da a conocer que el sustrato se recubre tras un prensado isostático en caliente posterior (HIP) y antes de un nuevo quemado por oxidación con la capa superficial cerámica porosa.

40 Según un aspecto adicional de la presente invención se prefiere que la capa superficial cerámica porosa forme con el sustrato un implante, preferiblemente un implante dental. Tanto debido a las propiedades de material del sustrato, como las de la capa superficial cerámica porosa se obtiene un implante, que presenta una capa superficial biocompatible, que permite una soldadura o una unión entre el tejido que se regenera o el hueso con el implante, con lo que se obtiene una solidez mecánica óptima entre el implante y el tejido o el hueso.

45 Formas de realización preferidas de la invención se explicarán a continuación mediante los dibujos adjuntos.

La figura 1 muestra una representación gráfica de la dispersión aplicada sobre un implante.

50 La figura 2 muestra una representación gráfica de la capa superficial porosa formada tras el proceso de secado y de sinterización.

55 En la figura 1 se representa una representación gráfica de una dispersión 2 según la invención aplicada sobre un sustrato 1, teniendo lugar la aplicación de la dispersión 2 por medio de un dispositivo 3 de pulverización.

A este respecto, en una primera etapa se produce una dispersión preferida según la invención con los siguientes componentes:

60 Del material cerámico Y-TZP se vierten en un recipiente 300 g de Tosoh TZ-3YS-E, además 2,5 g de CaCO_3 , 90 g de BAC-60, que representa las bolitas de polímero como formadores de poro posteriores tras el proceso de sinterización, 15 g de Butapur-1 como aglutinante inorgánico, 3 g de Dispex A40 como dispersante y 529 g de H_2O como disolvente y se mezclan entre sí hasta que hay una dispersión distribuida uniformemente de manera correspondiente. Por distribuida uniformemente se entiende que los componentes individuales, que se encuentran en la dispersión, visto estadísticamente, están presentes en porcentajes casi iguales en una unidad de volumen.

65 A continuación se llena la dispersión en un recipiente (no representado) de un dispositivo 3 de pulverización, que

ES 2 676 249 T3

presenta igualmente un dispositivo de mezclado (no representado), para que la dispersión siempre esté bien mezclada.

5 El sustrato 1 se pone sobre un dispositivo 4 de sujeción, que es un sustrato cerámico del tipo Y-TZP con la denominación Metoxit TZP-A y presenta una densidad de al menos $6,00 \text{ g/cm}^3$.

10 A este respecto, las flechas representadas en el gráfico indican que según el caso de aplicación tanto el dispositivo 4 de sujeción como el dispositivo 3 de pulverización pueden moverse uno en relación con otro, para obtener un resultado de aplicación óptimo de la dispersión 2 sobre el sustrato 1. En este ejemplo de realización, el dispositivo 3 de pulverización se movió en relación con el dispositivo 4 de sujeción.

15 Después de haber aplicado 5 ml de la dispersión directamente sobre el sustrato 1, es decir sin una capa intermedia adicional, se ha configurado una capa superficial líquida de la dispersión 2 sobre el sustrato 1. A este respecto, la capa líquida de la dispersión presenta un grosor de desde 80 hasta 100 micrómetros sobre el sustrato.

En la figura 1 se representan igualmente las bolitas 5 de polímero que se encuentran en la dispersión 2. Se encuentran distribuidas estadísticamente en la capa de dispersión sobre el sustrato 1, tanto en el interior de la capa como cerca de la superficie.

20 Los demás componentes que se encuentran en la dispersión, tal como material cerámico, aglutinante inorgánico, agente de dispersión, no se representan.

En la figura 2 se representa la capa superficial porosa tras un proceso de secado y un proceso de sinterización.

25 A este respecto, en primer lugar se produce una dispersión con la siguiente composición:

30 Del material cerámico Y-TZP se vierten en un recipiente 300 g de Tosoh TZ-3YS-E, además 220 g de BAC-60 como formador de poros, 15 g de Butapur-1 como aglutinante inorgánico, 3 g de Dispex A40 como dispersante y 1200 g de H_2O como disolvente y se mezclan entre sí hasta que hay una dispersión distribuida uniformemente de manera correspondiente. La composición preferida de la dispersión es adecuada para una aplicación de la dispersión por medio de una operación de inmersión, siendo la dispersión más fluida que la dispersión descrita en la figura 1.

35 A continuación se sumerge un sustrato del tipo Y-TZP con la denominación Metoxit TZP-A con una densidad de al menos $6,00 \text{ g/cm}^3$ en el recipiente con la dispersión con su superficie delantera (no representado), de modo que el sustrato se cubre en su superficie delantera con la dispersión con un grosor de capa de desde 80 hasta 100 micrómetros.

40 A continuación se seca el sustrato 1 con la dispersión aplicada en una cámara de secado a 50°C durante de 30 a 60 minutos, hasta que la dispersión se ha solidificado correspondientemente, dado que el disolvente se ha evaporado de la dispersión (no representado). A este respecto se usa una cámara de secado, tal como es habitual en el estado de la técnica.

45 Tras el proceso de secado se introduce el sustrato 1 con la dispersión solidificada en un dispositivo de sinterización, usándose un dispositivo de sinterización, tal como es habitual en el estado de la técnica.

El dispositivo de sinterización se calienta hasta una temperatura de 1400°C . El sustrato con la dispersión solidificada se trata a este respecto durante 30 minutos.

50 A este respecto, los componentes presentes en la dispersión se solidifican para dar una estructura cerámica porosa. Se produce una capa superficial cerámica porosa. Las bolitas de polímero todavía presentes en la dispersión solidificada, que presentan un tamaño de partícula de 50 micrómetros, ya se han descompuesto a esta temperatura, dado que la descomposición para este polímero se encuentra a un punto mucho menor (aproximadamente 200°C).

55 Dado que la dispersión solidificada se solidifica a partir de una determinada temperatura para dar una determinada estructura firme y las bolitas de polímero se descomponen, en la capa cerámica se producen poros 6, que se encuentran tanto en el interior de la capa cerámica como en la superficie. De este modo se producen poros superficiales y próximos a la superficie, que permiten reconocer la geometría original de las bolitas de polímero, que se producen únicamente por el proceso de sinterización, dado que las bolitas de polímero a 1400°C ya hace tiempo que se han descompuesto. Por consiguiente, mediante la geometría y el tamaño seleccionados (de 10 a 100 micrómetros) de las bolitas puede controlarse de manera dirigida el tamaño de poro que se produce posteriormente por el proceso de sinterización en la capa superficial. Es decir, cuanto mayor es el diámetro de las bolitas de polímero, más rugosa se vuelve la superficie de la capa superficial cerámica porosa.

65 Además, en la figura 2 puede reconocerse que la capa superficial cerámica porosa condicionado por el proceso de secado y de sinterización presenta un grosor menor que la dispersión 2 líquida. A este respecto, el grosor de capa se ha encogido hasta aproximadamente 20 micrómetros.

A continuación se indican dos tablas para ejemplos de realización preferidos de disoluciones de dispersión. A este respecto, la tabla A expone la composición de tres ejemplos de la aplicación por medio de pulverización, la tabla B expone la composición de tres ejemplos de la aplicación por medio de una operación de inmersión.

5

Tabla A

Operación de pulverización (todos los datos en g)			
Ejemplo (para BAC-60 en lugar de "PAC-60")			
	1	2	3
TZ-3YS-E	300	300	300
CaCO ₃	2,5	5	15
PAC-60© (formador de poros)	90	90	90
Butapur-1 (aglutinante inorgánico)	15	15	15
Dispex A40 (dispersante)	3	3	3
H ₂ O	529	529	529

Tabla B

Operación de inmersión (todos los datos en g)			
Ejemplo (para BAC-60 en lugar de "PAC-60")			
	1	2	3
TZ-3YS-E	300	300	300
CaCO ₃			
PAC-60© (formador de poros)	86	132	220
Butapur-1 (aglutinante inorgánico)	15	15	15
Dispex A40 (dispersante)	3	3	3
H ₂ O	1200	1200	1200

10 **Lista de números de referencia**

- 1 sustrato
- 2 dispersión
- 3 dispositivo de pulverización
- 15 4 dispositivo de sujeción
- 5 bolita de polímero
- 6 poro
- 10 10 capa superficial porosa
- 20

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la producción de una capa (10) superficial cerámica porosa sobre un sustrato (1) para un implante, presentando el procedimiento la etapa de aplicar una mezcla sobre el sustrato (1), comprendiendo la mezcla:
- 5
- al menos un polímero como formador de poros;
- al menos un material cerámico, que procede del grupo que comprende: Y-TZP (óxido de circonio tetragonal estabilizado con óxido de itrio), ATZ correspondiendo al 80% de ZrO₂ y al 20% de Al₂O₃; al menos un disolvente; al menos un aglutinante inorgánico del grupo de los fosfatos, silicatos o de una combinación de los mismos; y
- 10
- presentando el procedimiento la etapa de que la capa superficial porosa se obtiene a partir de la mezcla tras un proceso de sinterización.
- 15
2. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, comprendiendo la mezcla además al menos un dispersante.
- 20
3. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, comprendiendo el procedimiento tras la etapa de aplicar la mezcla (2) una etapa de secado.
4. Procedimiento según la reivindicación 3, realizándose la etapa de secado a una temperatura de entre 20°C y 140°C, preferiblemente entre 40°C y 120°C, lo más preferiblemente a 50°C.
- 25
5. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, realizándose el proceso de sinterización a una temperatura de entre 1000°C y 2000°C, en particular entre 1200°C y 1600°C, en particular entre 1350°C y 1450°C.
- 30
6. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, procediendo el sustrato del grupo que comprende: cerámica de óxido, Al₂O₃, ZrO₂, ZTA, ATZ, MgO, espinela, biovidrio, cerámica de nitruro, Si₃N₄, cerámica de carburo, SiC, así como otros materiales cerámicos, no necesariamente biocompatibles.
- 35
7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 2 a 6, sirviendo un polímero como dispersante.
8. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, presentando el polímero presente en la mezcla un tamaño de partícula predefinido, que se encuentra entre 10 µm y 100 µm.
- 40
9. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, procediendo el polímero del grupo que comprende: poli(acetato de vinilo), celulosa, polisacáridos, poli(alcoholes vinílicos), emulsiones de cera, vidrio acrílico, fibras de celulosa, fibras de polipropileno, preparaciones de sulfato de alcohol graso o una combinación de los mismos.
- 45
10. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, comprendiendo el disolvente H₂O así como disolventes orgánicos con grupos funcionales hidrófilos.
11. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, teniendo lugar la aplicación de la mezcla por medio de una operación de inmersión, de una operación de pulverización o de una combinación de las mismas.
- 50
12. Implante, que comprende un sustrato (1) y una capa (10) superficial cerámica porosa según una de las reivindicaciones anteriores.

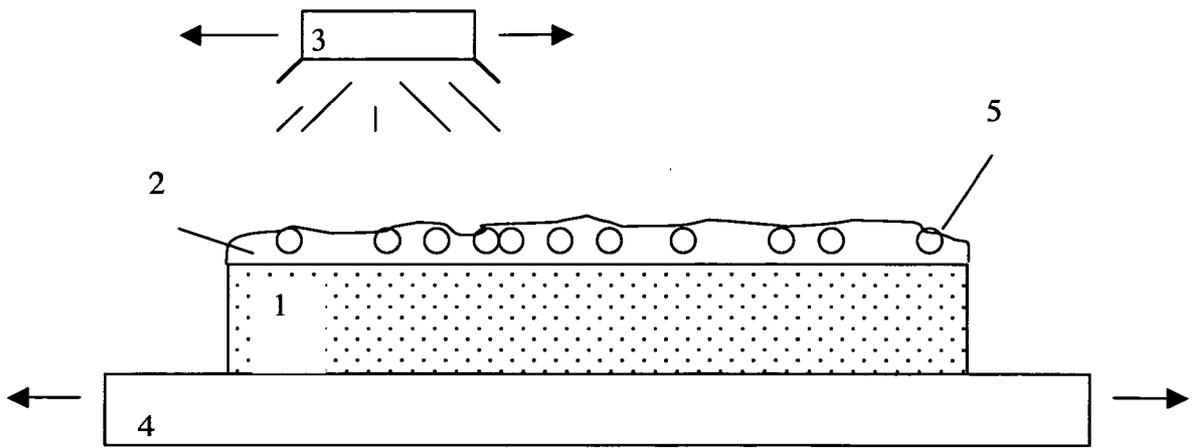


FIG. 1

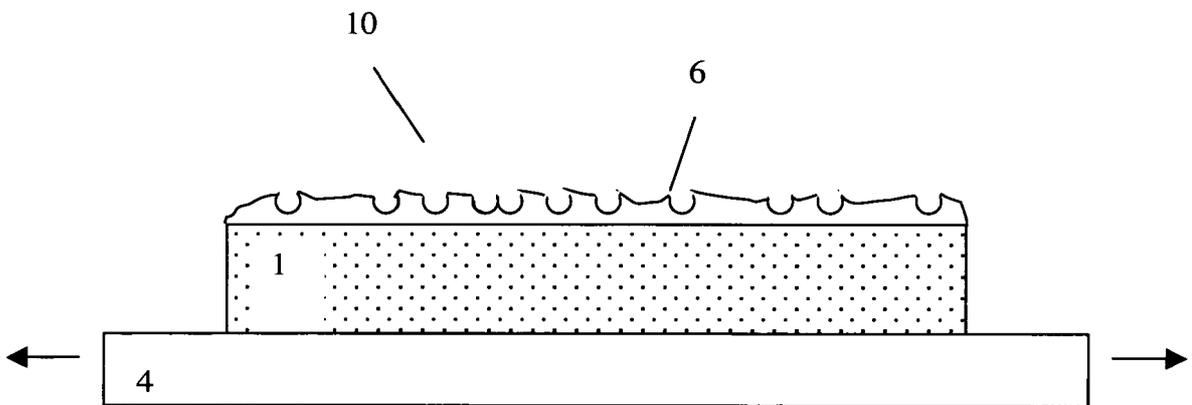


FIG. 2