

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 687 653**

51 Int. Cl.:

<b>C03C 3/083</b>	(2006.01)	<b>C04B 35/16</b>	(2006.01)
<b>C03C 3/085</b>	(2006.01)	<b>A61C 13/00</b>	(2006.01)
<b>C03C 3/095</b>	(2006.01)		
<b>C03C 3/097</b>	(2006.01)		
<b>C03C 10/00</b>	(2006.01)		
<b>C03C 4/00</b>	(2006.01)		
<b>A61C 13/08</b>	(2006.01)		
<b>A61C 13/083</b>	(2006.01)		
<b>A61K 6/02</b>	(2006.01)		
<b>C03B 32/02</b>	(2006.01)		

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **10.05.2013 PCT/EP2013/059700**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **14.11.2013 WO13167723**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.05.2013 E 13724202 (0)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.07.2018 EP 2847138**

54 Título: **Pieza en bruto presinterizada para fines dentales**

30 Prioridad:

**11.05.2012 EP 12167760**

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

**26.10.2018**

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**BÜRKE, HARALD;  
RITZBERGER, CHRISTIAN;  
SCHWEIGER, MARCEL y  
RHEINBERGER, VOLKER**

74 Agente/Representante:

**CURELL AGUILÁ, Mireia**

ES 2 687 653 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

Pieza en bruto presinterizada para fines dentales.

5 La invención se refiere a una pieza en bruto presinterizada para fines dentales a base de vitrocerámica de disilicato de litio, que es particularmente adecuada para la fabricación de restauraciones dentales.

Sobre la utilización de piezas en bruto presinterizadas en la técnica dental se ha informado ya en el estado de la técnica.

10 El documento WO 2010/010087 describe cuerpos moldeados de cerámica de silicato porosos que se procesan para obtener carillas para la técnica dental. Los cuerpos moldeados deben poseer, a este respecto, una determinada densidad para evitar daños en el procesamiento con sistemas de fresado o de rectificación, por ejemplo debidos a la rotura del material, y para que sean aptos para el sistema elegido.

15 El documento US 5.106.303 describe la fabricación de coronas dentales e incrustaciones intracoronarias (del inglés, *inlays*) mediante el rectificado de copia de cuerpos cerámicos compactados, que pueden estar opcionalmente presinterizados. Para lograr la geometría deseada se rectifican los cuerpos dando una forma agrandada, ya que hay que tener en cuenta la contracción que se produce en la sinterización posterior que se realiza para proporcionar la alta densidad exigida. Como material cerámico se utiliza en particular óxido de aluminio, que opcionalmente puede presentar aditivos potenciadores.

20 El documento US 5.775.912 describe gránulos presinterizados de porcelana dental, los cuales se rectifican obteniéndose una estructura dental por medio de sistemas CAD/CAM. Esta estructura dental se embebe en un material de embebido, se sinteriza y se libera del material de embebido para obtener la restauración dental deseada. En cuanto a la porcelana dental utilizada, se trata de vitrocerámicas a base de leucita.

25 El documento US 6.354.836 divulga procedimientos para fabricar restauraciones dentales utilizando procedimientos CAD/CAM. Se emplean para ello bloques no sinterizados o presinterizados de material cerámico y en particular óxido de aluminio y óxido de circonio, con los que después del rectificado para dar una forma agrandada y la sinterización densa posterior se producen restauraciones dentales muy sólidas. De todas las maneras, a este respecto, se considera esencial que las diferencias de temperatura en el horno de sinterización utilizado sean inferiores a 10 °C para garantizar que las variaciones en las dimensiones obtenidas finalmente de las restauraciones sean pequeñas.

30 En el caso de piezas en bruto presinterizadas conocidas, la contracción producida en la sinterización densa y, con ello, el factor de aumento correspondiente que se va a utilizar, dependen en gran medida de la temperatura de presinterización utilizada. Incluso pequeñas variaciones, como las que pueden producirse en el horno de sinterización como consecuencia de una distribución de temperaturas no homogénea, producen diferentes contracciones durante la sinterización densa. Estas variaciones, sin embargo, no permiten las pequeñas tolerancias deseadas en las dimensiones de la restauración dental producida.

35 La invención, por lo tanto, tiene el objetivo de proporcionar piezas en bruto presinterizadas que eviten estas desventajas y que, por lo tanto, sean menos susceptibles a variaciones en la temperatura de sinterización utilizada para su fabricación. Igualmente, estas piezas en bruto deben poder conformarse fácilmente mediante los procedimientos de rectificación y de fresado habituales con el fin de obtener restauraciones dentales con la geometría deseada, sin que sea necesario en estos procedimientos el aporte de líquido. Además, estas piezas en bruto deben poder procesarse mediante sinterización densa para dar restauraciones dentales sólidas y ópticamente muy atractivas.

40 Este objetivo se logra mediante la pieza en bruto presinterizada según las reivindicaciones 1 a 9. Un objeto de la invención es también el procedimiento de fabricación de la pieza en bruto según la reivindicación 10 y 11, el procedimiento de fabricación de las restauraciones dentales según las reivindicaciones 12 a 15, así como la utilización de la pieza en bruto según la reivindicación 16.

45 La pieza en bruto presinterizada para fines dentales según la invención se caracteriza por que es a base de vitrocerámica de disilicato de litio y por que presenta una densidad relativa del 60 al 90%, en particular del 62 al 88% y preferentemente del 65 al 87%, con respecto a la densidad real de la vitrocerámica.

50 A este respecto, la densidad relativa es la relación de la densidad de la pieza en bruto presinterizada con respecto a la densidad real de la vitrocerámica. La densidad de la pieza en bruto presinterizada se determina pesando la misma y calculando geoméricamente su volumen. La densidad se calcula entonces según la fórmula conocida

55 
$$\text{Densidad} = \text{masa} / \text{volumen}$$

5 La determinación de la densidad real se realiza moliendo la pieza en bruto presinterizada para dar un polvo con un tamaño de partícula promedio de 10 a 30  $\mu\text{m}$ , en particular de 20  $\mu\text{m}$ , con respecto al número de partículas, y determinando la densidad del polvo por medio de un picnómetro. La determinación del tamaño de partícula se realizó con el analizador de tamaño de partículas CILAS® 1064 de la empresa Quantachrome GmbH & Co. KG por medio de difracción láser según la norma ISO 13320 (2009).

10 Se ha demostrado, sorprendentemente, que la pieza en bruto según la invención no solo puede procesarse mecánicamente en seco de una forma sencilla, sino que también puede fabricarse a temperaturas de presinterización significativamente diferentes sin que esto produzca una modificación esencial de la contracción que tiene lugar durante una sinterización densa posterior. Así puede determinarse de forma muy exacta el factor de aumento considerando la contracción que se va a producir. Estas propiedades ventajosas se pueden atribuir claramente al comportamiento particular de la vitrocerámica de disilicato de litio, que se ha presinterizado obteniéndose las densidades relativas indicadas anteriormente.

15 Se prefiere también que la pieza en bruto consista esencialmente en vitrocerámica de disilicato de litio. De forma particularmente preferida, la pieza en bruto consiste en vitrocerámica de disilicato de litio.

20 La vitrocerámica presenta en una forma de realización preferida disilicato de litio como fase cristalina principal. A este respecto, la expresión "fase cristalina principal" designa la fase cristalina que tiene la proporción en volumen más elevada con respecto a otras fases cristalinas. En particular, la vitrocerámica contiene más del 10% en volumen, preferentemente más del 20% en volumen y de forma particularmente preferida más del 30% en volumen de cristales de disilicato de litio, con respecto a la totalidad de la vitrocerámica.

25 La vitrocerámica de disilicato de litio contiene  $\text{SiO}_2$  y  $\text{Li}_2\text{O}$  preferentemente en una proporción molar en el intervalo de 1,75 a 3,0, en particular de 1,8 a 2,6.

En otra forma de realización preferida la vitrocerámica de disilicato de litio contiene por lo menos uno de los componentes siguientes:

30	<u>Componente</u>	<u>% en peso</u>
	$\text{SiO}_2$	de 50,0 a 80,0
	$\text{Li}_2\text{O}$	de 6,0 al 20,0
35	$\text{Me(I)}_2\text{O}$	de 0 a 10,0, en particular de 0,1 a 10,0
	$\text{Me(II)}\text{O}$	de 0 a 12,0, en particular de 0,1 a 12,0
40	$\text{Me(III)}_2\text{O}_3$	de 0 a 8,0, en particular de 0,1 a 8,0
	$\text{Me(IV)}\text{O}_2$	de 0 a 8,0, en particular de 0,1 a 8,0
	$\text{Me(V)}_2\text{O}_5$	de 0 a 8,0, en particular de 0,1 a 8,0
45	$\text{Me(VI)}\text{O}_3$	de 0 a 8,0, en particular de 0,1 a 8,0
	Agente nucleante	de 0 a 8,0, en particular de 0,1 a 8,0

50 en las que

$\text{Me(I)}_2\text{O}$  se selecciona de entre  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{Rb}_2\text{O}$ ,  $\text{Cs}_2\text{O}$  o mezclas de los mismos,

55  $\text{Me(II)}\text{O}$  se selecciona de entre  $\text{CaO}$ ,  $\text{BaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{SrO}$ ,  $\text{ZnO}$  y mezclas de los mismos,

$\text{Me(III)}_2\text{O}_3$  se selecciona de entre  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{La}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Yb}_2\text{O}_3$  y mezclas de los mismos,

$\text{Me(IV)}\text{O}_2$  se selecciona de entre  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{SnO}_2$ ,  $\text{GeO}_2$  y mezclas de los mismos,

60  $\text{Me(V)}_2\text{O}_5$  se selecciona de entre  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ,  $\text{V}_2\text{O}_5$  y mezclas de los mismos,

$\text{Me(VI)}\text{O}_3$  se selecciona de entre  $\text{WO}_3$ ,  $\text{MoO}_3$  y mezclas de los mismos y

El agente nucleante se selecciona de entre  $\text{P}_2\text{O}_5$ , metales y mezclas de los mismos.

65 Como óxidos de elementos monovalentes  $\text{Me(I)}_2\text{O}$  se prefieren  $\text{Na}_2\text{O}$  y  $\text{K}_2\text{O}$ .

Como óxidos de elementos divalentes  $\text{Me(II)O}$  se prefieren  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{SrO}$  y  $\text{ZnO}$ .

Como óxidos de elementos trivalentes  $\text{Me(III)}_2\text{O}_3$  se prefieren  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{La}_2\text{O}_3$  e  $\text{Y}_2\text{O}_3$ .

Como óxidos de elementos tetravalentes  $\text{Me(IV)}\text{O}_2$  se prefieren  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$  y  $\text{GeO}_2$ .

Como óxidos de elementos pentavalentes  $\text{Me(V)}_2\text{O}_5$  se prefieren  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  y  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ .

Como óxidos de elementos hexavalentes  $\text{Me(VI)}\text{O}_3$  se prefieren  $\text{WO}_3$  y  $\text{MoO}_3$ .

Como agente nucleante se prefiere el  $\text{P}_2\text{O}_5$ .

La vitrocerámica de disilicato de litio contiene preferentemente colorantes y/o agentes de fluorescencia.

Ejemplos de colorantes y agentes de fluorescencia son pigmentos inorgánicos y/u óxidos de elementos d y f tales como, por ejemplo, los óxidos de Ti, V, Sc, Mn, Fe, Co, Ta, W, Ce, Pr, Nd, Tb, Er, Dy, Gd, Eu e Yb. Como colorantes pueden utilizarse también coloides metálicos, por ejemplo, de Ag, Au y Pd, que adicionalmente pueden actuar también como agentes nucleantes. Estos coloides metálicos pueden formarse, por ejemplo, mediante la reducción de óxidos, cloruros o nitratos correspondientes durante los procesos de fusión y de cristalización. Como pigmentos inorgánicos se utilizan, por ejemplo, espinelas dopadas, silicato de circonio, estannatos, corindón dopado y/o  $\text{ZrO}_2$  dopado.

La pieza en bruto según la invención presenta preferentemente por lo menos dos regiones, en particular capas, que se diferencian por su coloración o su translucidez. Preferentemente, la pieza en bruto presenta por lo menos 3 y hasta 10, de forma particularmente preferida por lo menos 3 y hasta 8 y de forma muy particularmente preferida por lo menos 4 y hasta 6 regiones, en particular capas, que se diferencian en su coloración o su translucidez. Precisamente, mediante la presencia de varias regiones, en particular capas, coloreadas de forma diferente, se logra imitar muy bien el material dental natural. También es posible que por lo menos una de las regiones o las capas presente un gradiente de color, para garantizar una transición de coloración gradual.

En otra forma de realización preferida, la pieza en bruto según la invención presenta un soporte para su fijación a un dispositivo de procesamiento. En otra forma de realización preferida la pieza en bruto según la invención tiene una interfaz para unirse con un implante dental.

El soporte permite fijar la pieza en bruto a un dispositivo de procesamiento, tal como, en particular, un dispositivo de fresado o de rectificado. El soporte tiene habitualmente la forma de una clavija y consiste preferentemente en metal o plástico.

La interfaz proporciona una unión entre un implante y la restauración dental dispuesta sobre el mismo, tal como, en particular, una corona de pilar, que se ha obtenido mediante procesamiento mecánico y sinterización densa de la pieza en bruto. Esta unión se fija preferentemente de forma giratoria. La interfaz está presente, en particular, en forma de un rebaje, tal como una perforación. La geometría concreta de la interfaz se selecciona, a este respecto, habitualmente, en función del sistema de implante que se va a utilizar en cada caso.

La invención se refiere también a un procedimiento de fabricación de la pieza en bruto según la invención, en el que

(a) se comprime vidrio de silicato de litio en polvo o en forma de granulado obteniéndose una pieza en bruto de vidrio,

(b) la pieza en bruto de vidrio es térmicamente tratada para fabricar una pieza en bruto presinterizada a base de vitrocerámica de disilicato de litio, en el que la temperatura del tratamiento térmico

(i) es por lo menos de 500 °C, en particular por lo menos de 540 °C y preferentemente por lo menos de 580 °C y

(ii) se encuentra en un intervalo que se extiende sobre por lo menos 30 K, en particular por lo menos 50 K y preferentemente por lo menos 70 K y en el que la densidad relativa varía menos del 2,5%, en particular menos del 2,0% y preferentemente menos del 1,5%.

En la etapa (a) se comprime vidrio de silicato de litio en polvo o en forma de granulado obteniéndose una pieza en bruto de vidrio.

A este respecto, el vidrio de silicato de litio utilizado se fabrica habitualmente fundiendo una mezcla de materiales de partida adecuados, tales como, por ejemplo, carbonatos, óxidos, fosfatos y fluoruros, a temperaturas de en

particular 1300 a 1600 °C durante 2 a 10 h. Para lograr una homogeneidad particularmente alta se vierte el vidrio fundido obtenido en agua, para formar un granulado de vidrio y el granulado obtenido, a continuación, se funde de nuevo.

- 5 El granulado se tritura a continuación al tamaño de partícula deseado y en particular se muele dando un polvo con un tamaño de partícula medio < 100 µm, con respecto al número de partículas.

10 El granulado o el polvo, opcionalmente con la adición de agentes auxiliares de la compresión o aglutinantes, se introduce habitualmente en un molde de prensado y se comprime dando una pieza en bruto de vidrio. A este respecto, la presión utilizada se encuentra en particular en el intervalo de 20 a 200 MPa. Para la compresión se utilizan habitualmente prensas uniaxiales. La compresión puede llevarse a cabo en particular también como compresión isostática, preferentemente como compresión isostática en frío. Mediante la utilización de polvo de vidrio o granulados de vidrio con diferente coloración o translucidez pueden obtenerse piezas en bruto de vidrio que presentan regiones, y en particular capas, coloreadas de forma diferente o con diferente translucidez. Por ejemplo, pueden disponerse polvos o granulados coloreados de forma diferente en un molde de compresión uno sobre otro, de forma que se obtenga una pieza en bruto de vidrio de varias capas. Esta policoloración posibilita en gran medida conferir a las restauraciones dentales producidas finalmente el aspecto del material dental natural.

20 En la etapa (b), se somete la pieza en bruto obtenida de uno o varios colores a un tratamiento térmico con el fin de producir la cristalización controlada del disilicato de litio y, con ello, la formación de una vitrocerámica de disilicato de litio, así como su presinterización. El tratamiento térmico tiene lugar, en particular, a una temperatura de 500 °C a 900 °C, preferentemente de 540 a 900 °C y de forma particularmente preferida de 580 a 900 °C. El tratamiento térmico se lleva a cabo en particular durante un periodo de 2 a 120 min, en particular de 5 a 60 min y de forma particularmente preferida de 10 a 30 min.

30 El intervalo de temperatura (b) (ii) describe un intervalo en el que a pesar de la variación de la temperatura la densidad relativa se modifica poco. Este intervalo se designa, a este respecto, a continuación también como "meseta". La variación posible en este intervalo de la densidad relativa se calcula en % a partir del valor máximo y el valor mínimo de la densidad relativa en el intervalo mediante

$$(\text{valor máximo}-\text{valor mínimo}) / \text{valor máximo} \times 100$$

35 Se ha demostrado, sorprendentemente, que las vitrocerámicas de disilicato de litio durante su producción y su presinterización no muestran en determinados intervalos de temperatura esencialmente ningún cambio de la densidad relativa y, por lo tanto, de la contracción lineal y del factor de aumento en la sinterización densa. Estos intervalos se conocen en la representación gráfica de la densidad relativa, la contracción lineal o el factor de aumento frente a la temperatura como "mesetas". En consecuencia, las propiedades importantes de la pieza en bruto para la precisión de ajuste de la restauración dental posterior en este intervalo son esencialmente independientes de la temperatura. Como consecuencia se obtiene la ventaja importante para la puesta en práctica de que la pieza en bruto es más bien no susceptible, por ejemplo, a variaciones de la temperatura o gradientes de la temperatura en el horno de sinterización, siempre que la temperatura se encuentre en el intervalo de la "meseta".

45 Según la invención, por lo tanto, se prefieren particularmente las piezas en bruto presinterizadas que pueden obtenerse según el procedimiento según la invención.

50 Se prefieren particularmente piezas en bruto según la invención que presentan una densidad relativa que se obtiene cuando

(a) se comprime uniaxialmente o isostáticamente polvo de un vidrio de partida correspondiente con un tamaño de partícula medio < 100 µm, con respecto al número de partículas, a una presión de 20 a 200 MPa, preferentemente de 40 a 120 MPa y de forma particularmente preferida de 50 a 100 MPa y

55 (b) la pieza prensada de polvo de vidrio obtenida es térmicamente tratada durante 2 a 120 min, preferentemente durante 5 a 60 min y de forma particularmente preferida durante 10 a 30 min a una temperatura que

60 (i) es por lo menos de 500 °C, en particular por lo menos de 540 °C y preferentemente por lo menos de 580 °C y

(ii) se encuentra en un intervalo que se extiende sobre por lo menos 30 K, en particular por lo menos 50 K y preferentemente por lo menos 70 K y en el que la densidad relativa varía menos del 2,5%, en particular menos del 2,0% y preferentemente menos del 1,5%.

65

- La figura 2 ilustra las fases que discurren habitualmente en el tratamiento térmico de una pieza prensada de polvo de vidrio al representar para una pieza prensada con una composición según el ejemplo 2 el factor de aumento frente a la temperatura. En la fase I hasta aproximadamente 500 °C se realiza el calentamiento y la eliminación de aglutinante eventualmente presente. En la fase II de aproximadamente 500 a 600 °C se realiza la sinterización y la cristalización, y en la fase III, la meseta, de aproximadamente 600 a aproximadamente 850 °C se tiene la presencia de una pieza en bruto presinterizada según la invención a base de vitrocerámica de disilicato de litio. A continuación se realiza en la fase IV, de aproximadamente 850 a aproximadamente 950 °C, la sinterización densa de la pieza en bruto.
- La pieza en bruto presinterizada según la invención se encuentra preferentemente en forma de bloques, discos o cilindros. En estas formas, el procesamiento posterior para dar las restauraciones dentales deseadas es particularmente sencillo.
- La pieza en bruto presinterizada se procesa posteriormente, en particular para dar restauraciones dentales. Por lo tanto, la invención se refiere también a un procedimiento de fabricación de restauraciones dentales en el que
- (i) la pieza en bruto presinterizada según la invención a base de vitrocerámica de disilicato de litio está conformada mediante procesamiento mecánico, con el fin de obtener un precursor de la restauración dental,
  - (ii) el precursor se somete esencialmente a sinterización densa, con el fin de proporcionar la restauración dental, y
  - (iii) opcionalmente la superficie de la restauración dental se somete a un tratamiento final.
- En la etapa (i) se realiza el procesamiento mecánico habitualmente mediante procedimientos de eliminación de material y en particular mediante fresado y/o rectificación. Se prefiere que el procesamiento mecánico se realice con unos dispositivos de fresado y/o de rectificación controlados por ordenador. De forma particularmente preferida el procesamiento mecánico se realiza en el marco de un procedimiento CAD-CAM.
- La pieza en bruto según la invención puede procesarse mecánicamente muy fácilmente, en particular debido a que es de poros abiertos y que posee una resistencia mecánica reducida. A este respecto, una ventaja particular es que la utilización de líquidos durante la rectificación o el fresado no es necesaria. En el caso de piezas en bruto convencionales son necesarios a menudo, por el contrario, los denominados procedimientos de rectificación en húmedo.
- El procesamiento mecánico se lleva a cabo, generalmente, de forma que el precursor obtenido represente una forma agrandada de la restauración dental deseada. Por lo tanto, se tiene en cuenta la contracción que se produce durante la sinterización densa posterior. La pieza en bruto según la invención presenta la ventaja particular, a este respecto, de que puede determinarse con gran exactitud el factor de aumento que se va a aplicar a la misma. El factor de aumento es el factor en el que debe rectificarse o fresarse de forma aumentada el precursor producido a partir de la pieza en bruto presinterizada para que después de la sinterización densa la restauración dental obtenida tenga las dimensiones deseadas.
- El factor de aumento  $F_v$ , la densidad relativa  $\rho_r$  y la contracción lineal remanente  $S$  pueden convertirse uno en otro de la forma siguiente:
- $$S = 1 - \rho_r^{1/3}$$
- $$F_v = 1 / (1-S)$$
- En una forma de realización preferida, como pieza en bruto presinterizada se utiliza la pieza en bruto obtenida según el procedimiento según la invención descrito anteriormente.
- En la etapa (ii) el precursor obtenido se somete esencialmente a sinterización densa, para producir la restauración dental con la geometría deseada.
- Para la sinterización densa, el precursor es térmicamente tratado, preferentemente a una temperatura de 700 °C a 1000 °C. El tratamiento térmico se realiza habitualmente durante un periodo de 2 a 30 min.
- Se produce después de la sinterización densa una restauración dental a base de vitrocerámica de disilicato de litio en la que el disilicato de litio forma preferentemente la fase cristalina. Esta vitrocerámica de disilicato de litio dispone de unas propiedades ópticas y mecánicas excelentes, así como de una estabilidad química elevada. Por lo tanto, con el procedimiento según la invención pueden fabricarse restauraciones dentales que cumplen elevadas exigencias.

Las restauraciones dentales se seleccionan preferentemente de entre coronas, pilares, coronas de pilares, incrustaciones intracoronarias (del inglés, *inlays*), incrustaciones extracoronarias (del inglés, *onlays*), laminados, fundas y puentes, así como superestructuras para armazones de restauraciones de varias piezas, que pueden consistir, por ejemplo, en cerámica de óxido, metales o aleaciones dentales.

Para la sinterización densa puede ser ventajoso que se soporte el precursor de la restauración dental, para evitar una deformación. Se prefiere que el soporte consista en el mismo material que el precursor y, por lo tanto, que presente la misma contracción en la sinterización. El soporte puede presentarse, por ejemplo, en forma de una estructura de soporte o un molde de soporte que con respecto a su geometría se adapte al precursor.

En la etapa (iii) opcional puede someterse aún la superficie de la restauración dental a un procesamiento final. A este respecto, es posible en particular llevar a cabo una cocción de glaseado a una temperatura de 650 °C a 900 °C o pulir la restauración.

Debido a las propiedades descritas de la pieza en bruto presinterizada según la invención, esta es adecuada, en particular, para producir restauraciones dentales. La invención se refiere, por lo tanto, también a la utilización de la pieza en bruto para la fabricación de restauraciones dentales y, en particular, de coronas, pilares, coronas de pilares, incrustaciones intracoronarias, incrustaciones extracoronarias, laminados, fundas y puentes, así como superestructuras.

Los tamaños de partícula promedio indicados, con respecto al número de partículas, se determinaron a temperatura ambiente mediante difracción láser con el analizador de tamaño de partículas CILAS® 1064 de la empresa Quantachrome GmbH & Co. KG según la norma ISO 13320 (2009).

La invención se explicará a continuación en detalle por medio de ejemplos.

## Ejemplos

### Ejemplos 1 a 4

Se produjeron en total 4 vitrocerámicas con disilicato de litio como fase cristalina principal con la composición indicada en la tabla I fundiendo el vidrio de partida correspondiente y, a continuación, mediante tratamiento térmico, se presinterizaron y se cristalizaron de forma controlada las piezas en bruto de polvo de vidrio prensadas obtenidas de esta forma.

Para ello se fundieron en primer lugar los vidrios de partida a escala de 100 a 200 g a partir de las materias primas habituales a de 1400 a 1500 °C, siendo posible realizar la fusión de forma muy satisfactoria sin la formación de burbujas o estrías. Vertiendo los vidrios de partida en agua se produjeron fritas de vidrio que se fundieron para su homogeneización, a continuación, una segunda vez a de 1450 a 1550 °C durante 1 a 3 h.

Los vidrios fundidos obtenidos se enfriaron después a 1400 °C y se convirtieron mediante vertido en agua en granulados finamente distribuidos. Los granulados se secaron y se trituraron dando un polvo con un tamaño de partícula medio < 100 µm, con respecto al número de partículas. Este polvo se humedeció con algo de agua y se comprimió con una presión de compresión de 20 a 200 MPa dando piezas prensadas de polvo.

Las piezas prensadas de polvo se trataron después térmicamente durante 2 a 120 min a una temperatura que se encuentra en el intervalo que se indica en la tabla I como meseta para la composición correspondiente. Después de este tratamiento térmico se obtuvieron piezas en bruto según la invención que se habían presinterizaron y que eran a base de vitrocerámica de disilicato de litio.

Tabla I

Ejemplo	1	2	3	4
Componente	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso
SiO <sub>2</sub>	67,5	75,2	78,4	69,4
Li <sub>2</sub> O	14,9	15,6	16,3	19,7
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	4,3	-	3,3	3,4
K <sub>2</sub> O	4,2	-	-	-
MgO	0,7	-	-	-
SrO	-	4,1	-	-
ZnO	4,8	-	-	-
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	3,6	-	3,5
La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,0	-	-	-
Er <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	0,25	-	-
CeO <sub>2</sub>	2,0	1,0	-	-

SnO <sub>2</sub>	-	-	2,0	-
Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	-	-	-	-
V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,1	-	-	-
MoO <sub>3</sub>	-	-	-	4,0
Tb <sub>4</sub> O <sub>7</sub>	0,5	-	-	-
Fase cristalina principal	LS2	LS2	LS2	LS2
Meseta (°C)	600 - 800	590 - 960	600 - 900	600 - 900

LS2 disilicato de litio

**Ejemplo 5 – Análisis del comportamiento de sinterización de la composición según el ejemplo 1**

5 Se fundió un vidrio con la composición según el ejemplo 1 y se trituró dando un vidrio en polvo con un tamaño de partícula medio inferior a 50 µm, con respecto al número de partículas. Este vidrio en polvo se prensó dando cilindros. El comportamiento de sinterización de estas piezas en bruto cilíndricas se analizó tratándolas térmicamente a diferentes temperaturas en un horno del tipo Programat® P500 de Ivoclar Vivadent AG. A este respecto, se utilizó en cada caso una velocidad de calentamiento de 20 °C/min, así como un tiempo de permanencia de 2 min a la temperatura correspondiente. A continuación las piezas en bruto se enfriaron a la temperatura ambiente y se determinó después en cada caso la densidad relativa de las piezas en bruto con respecto a la densidad real de la vitrocerámica. A partir de la densidad relativa se calcularon la contracción lineal remanente y el factor de aumento.

10 Los resultados para temperaturas en el intervalo de 25 a 900 °C se representan en la tabla II siguiente. Entre 600 °C y 800 °C hay presencia de una pieza en bruto presinterizada según la invención de vitrocerámica de disilicato de litio con una densidad relativa del 69 al 70%.

20 Tabla II

Temperatura [°C]	25	450	500	550	600	650	700	750	800	850	900
Diámetro [mm]	16,10	16,09	16,07	15,47	14,55	14,59	14,61	14,56	14,48	13,39	13,12
Altura [mm]	15,16	15,14	15,05	14,91	13,81	13,80	13,83	13,88	13,92	12,65	12,03
Volumen [cm <sup>3</sup> ]	3,09	3,08	3,05	2,80	2,30	2,31	2,32	2,31	2,29	1,78	1,63
Masa [g]	4,00	3,98	3,99	4,05	3,98	3,98	3,97	3,99	4,01	4,03	3,98
Densidad [g/cm <sup>3</sup> ]	1,30	1,29	1,31	1,45	1,74	1,73	1,71	1,73	1,75	2,26	2,45
Densidad relativa [%]	52	52	52	58	69	69	69	69	70	91	98
Contracción lineal [%]	19,6	19,5	19,2	17,3	11,4	11,5	11,6	11,6	11,5	3,5	0,0
Factor de aumento	1,24	1,24	1,24	1,21	1,13	1,13	1,13	1,13	1,13	1,04	1,00

25 La representación gráfica del factor de aumento calculado frente a la temperatura aplicada se muestra en la figura 1. Puede observarse en la misma que el factor de aumento se mantiene esencialmente constante, sorprendentemente, en el intervalo de 600 a 800 °C y que la curva forma una meseta. Por lo tanto, mediante la aplicación de un tratamiento térmico en este intervalo puede obtenerse una pieza en bruto según la invención para la que es posible una información muy exacta del factor de aumento que se va a elegir.

30 Se procedió de la misma forma en las otras composiciones indicadas en la tabla I para determinar en cada caso este intervalo ("meseta").

**Ejemplo 6 – Análisis del comportamiento de sinterización de la composición según el ejemplo 2**

35 En la composición según el ejemplo 2 se analizó de forma análoga al ejemplo 5 el comportamiento de sinterización. Los valores obtenidos para la densidad relativa, la contracción lineal remanente y el factor de aumento se indican en la tabla III.

Tabla III

Temperatura [°C]	30	450	500	550	600	650	700	750	800	850	900	950
Contracción lineal [%]	14,05	14,10	14,30	12,80	11,45	11,45	11,55	11,45	11,40	11,45	9,95	0,00
Factor de aumento	1,163	1,164	1,167	1,147	1,129	1,129	1,131	1,129	1,129	1,129	1,110	1,000
Densidad relativa [%]	63	63	63	66	69	69	69	69	70	70	73	100

5 El factor de aumento se representó frente a la temperatura y la curva obtenida a este respecto se muestra en la figura 2. A partir de la misma puede observarse que la meseta para la vitrocerámica de disilicato de litio analizada se encuentra en un intervalo de aproximadamente 600 a aproximadamente 850 °C. En este intervalo hay presencia de una pieza en bruto presinterizada según la invención de vitrocerámica de disilicato de litio con una densidad relativa del 69 al 70%.

## REIVINDICACIONES

5 1. Pieza en bruto presinterizada para fines dentales a base de vitrocerámica de disilicato de litio, en la que la pieza en bruto presenta una densidad relativa del 60 al 90%, en particular del 62 al 88% y preferentemente del 65 al 87%, con respecto a la densidad real de la vitrocerámica.

2. Pieza en bruto según la reivindicación 1, que consiste esencialmente en vitrocerámica de disilicato de litio.

10 3. Pieza en bruto según una de las reivindicaciones 1 a 2, en la que la vitrocerámica presenta disilicato de litio como fase cristalina principal y contiene, en particular, más del 10% en volumen, preferentemente más del 20% en volumen y de forma particularmente preferida, más del 30% en volumen de cristales de disilicato de litio.

15 4. Pieza en bruto según una de las reivindicaciones 1 a 3, en la que la vitrocerámica de disilicato de litio contiene por lo menos uno de los siguientes componentes:

	<u>Componente</u>	<u>% en peso</u>
	SiO <sub>2</sub>	de 50,0 a 80,0
20	Li <sub>2</sub> O	de 6,0 al 20,0
	Me(I) <sub>2</sub> O	de 0 a 10,0, en particular de 0,1 a 10,0
	Me(II)O	de 0 a 12,0, en particular de 0,1 a 12,0
25	Me(III) <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	de 0 a 8,0, en particular de 0,1 a 8,0
	Me(IV)O <sub>2</sub>	de 0 a 8,0, en particular de 0,1 a 8,0
30	Me(V) <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	de 0 a 8,0, en particular de 0,1 a 8,0
	Me(VI)O <sub>3</sub>	de 0 a 8,0, en particular de 0,1 a 8,0
35	Agente nucleante	de 0 a 8,0, en particular de 0,1 a 8,0

en los que

Me(I)<sub>2</sub>O se selecciona de entre Na<sub>2</sub>O, K<sub>2</sub>O, Rb<sub>2</sub>O, CS<sub>2</sub>O o mezclas de los mismos,

40 Me(II)O se selecciona de entre CaO, BaO, MgO, SrO, ZnO y mezclas de los mismos,

Me(III)<sub>2</sub>O<sub>3</sub> se selecciona de entre Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y mezclas de los mismos,

45 Me(IV)O<sub>2</sub> se selecciona de entre ZrO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>, SnO<sub>2</sub>, GeO<sub>2</sub> y mezclas de los mismos,

Me(V)<sub>2</sub>O<sub>5</sub> se selecciona de entre Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> y mezclas de los mismos,

Me(VI)O<sub>3</sub> se selecciona de entre WO<sub>3</sub>, MoO<sub>3</sub> y mezclas de los mismos, y

50 el agente nucleante se selecciona de entre P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, metales y mezclas de los mismos.

5. Pieza en bruto según una de las reivindicaciones 1 a 4, que presenta dos regiones, en particular unas capas, que se diferencian por su coloración o su translucidez.

55 6. Pieza en bruto según una de las reivindicaciones 1 a 5, que presenta un soporte para un dispositivo de procesamiento.

60 7. Pieza en bruto según una de las reivindicaciones 1 a 6, que presenta una interfaz, en particular en forma de un rebaje, para unirse con un implante dental.

8. Pieza en bruto según una de las reivindicaciones 1 a 7, que puede obtenerse mediante el procedimiento según una de las reivindicaciones 10 u 11.

65 9. Pieza en bruto según una de las reivindicaciones 1 a 8, que presenta una densidad relativa que se obtiene cuando

(a) se comprime uniaxialmente o isostáticamente polvo de un vidrio de partida correspondiente con un tamaño de partícula medio  $< 100 \mu\text{m}$ , con respecto al número de partículas, a una presión de 20 MPa a 200 MPa, preferentemente de 40 a 120 MPa y de forma particularmente preferida de 50 a 100 MPa, y

5 (b) la pieza prensada de polvo de vidrio obtenida es térmicamente tratada durante 2 a 120 min, preferentemente durante 5 a 60 min, y de forma particularmente preferida durante 10 a 30 min a una temperatura que

10 (i) es por lo menos de 500 °C, en particular por lo menos de 540 °C y preferentemente por lo menos de 580 °C, y

(ii) se encuentra en un intervalo que se extiende sobre por lo menos 30 K, en particular por lo menos 50 K y preferentemente por lo menos 70 K, y en el que la densidad relativa varía menos del 2,5%, en particular menos del 2,0% y preferentemente menos del 1,5%.

15 10. Procedimiento de fabricación de la pieza en bruto según una de las reivindicaciones 1 a 7 o 9, en el que

(a) se comprime vidrio de silicato de litio en polvo o en forma de granulado para obtener una pieza en bruto de vidrio,

20 (b) la pieza en bruto de vidrio es térmicamente tratada con el fin de producir una pieza en bruto presinterizada a base de vitrocerámica de disilicato de vidrio, en el que la temperatura del tratamiento térmico

25 (i) es por lo menos de 500 °C, en particular por lo menos de 540 °C y preferentemente por lo menos de 580 °C, y

(ii) se encuentra en un intervalo que se extiende sobre por lo menos 30 K, en particular por lo menos 50 K, y preferentemente por lo menos 70 K, y en el que la densidad relativa varía menos del 2,5%, en particular menos del 2,0% y preferentemente menos del 1,5%.

30 11. Procedimiento según la reivindicación 10, en el que en la etapa (a) se utilizan por lo menos dos vidrios de silicato de litio, que se diferencian por su coloración o su translucidez.

35 12. Procedimiento para la fabricación de restauraciones dentales, en el que

(i) la pieza en bruto presinterizada a base de vitrocerámica de disilicato de litio según una de las reivindicaciones 1 a 9 está conformada mediante procesamiento mecánico para obtener un precursor de la restauración dental,

40 (ii) el precursor se somete esencialmente a sinterización densa, con el fin de proporcionar la restauración dental, y

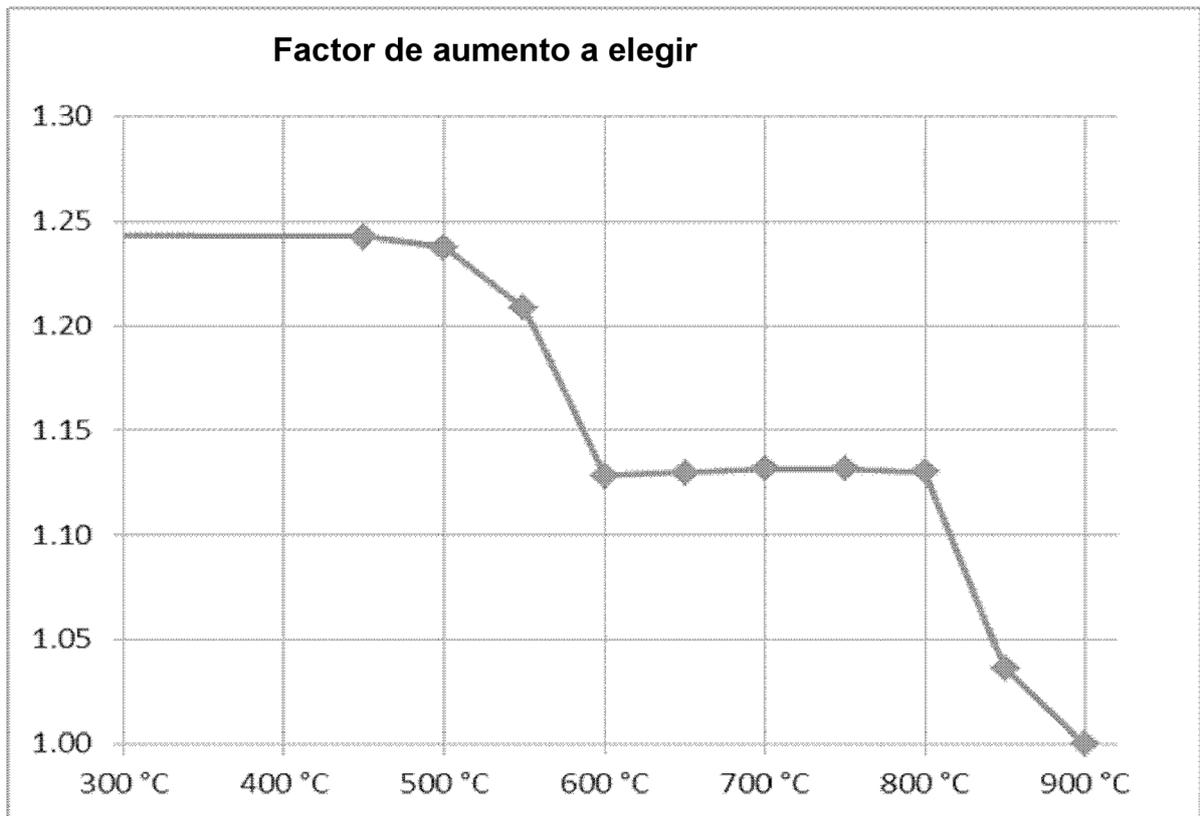
(iii) opcionalmente, la superficie de la restauración dental se somete a un tratamiento final.

45 13. Procedimiento según la reivindicación 12, en el que el procesamiento mecánico se realiza con unos dispositivos de fresado y/o de rectificación.

50 14. Procedimiento según la reivindicación 12 o 13, en el que se lleva a cabo el procedimiento según la reivindicación 10 u 11, con el fin de obtener una pieza en bruto presinterizada a base de vitrocerámica de disilicato de litio.

55 15. Procedimiento según una de las reivindicaciones 12 a 14, en el que las restauraciones dentales se seleccionan de entre coronas, pilares, coronas de pilares, incrustaciones intracoronarias, incrustaciones extracoronarias, laminados, fundas, puentes y superestructuras.

16. Utilización de la pieza en bruto según una de las reivindicaciones 1 a 9 para la fabricación de restauraciones dentales y en particular de coronas, pilares, coronas de pilares, incrustaciones intracoronarias, incrustaciones extracoronarias, laminados, fundas, puentes y superestructuras.



**Figura 1**

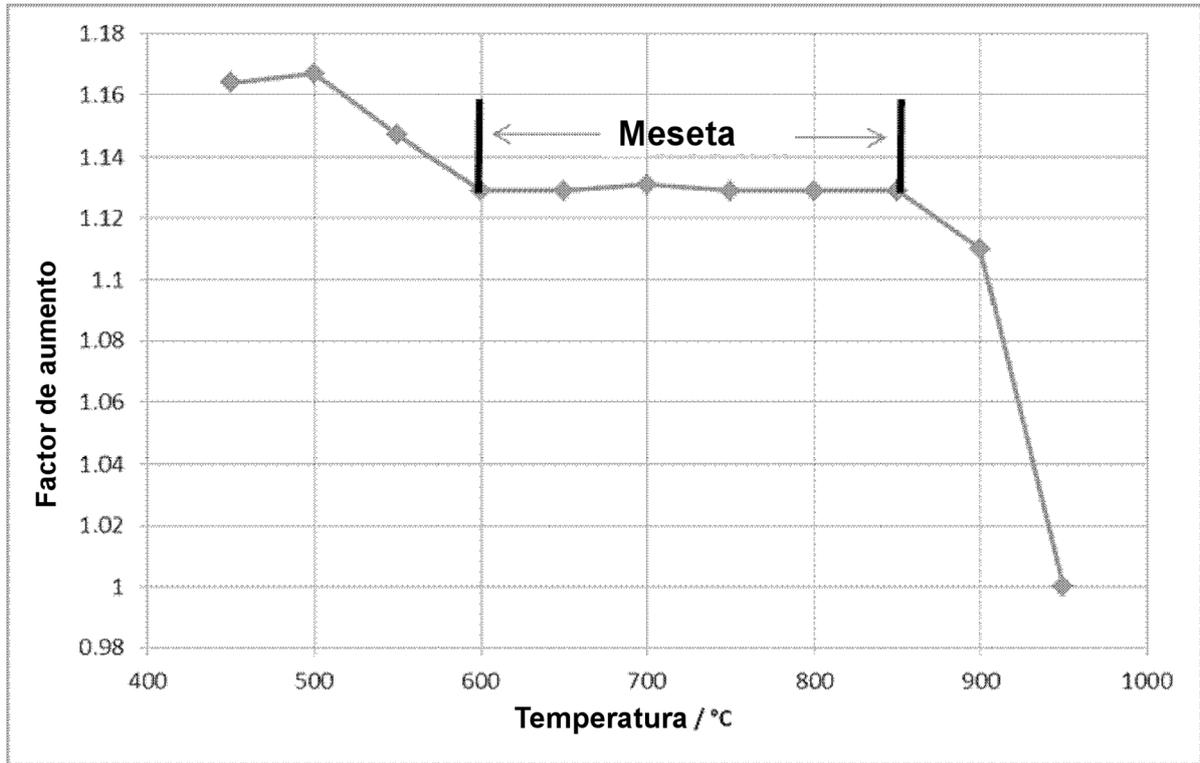


Figura 2