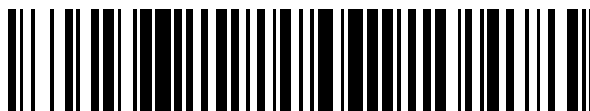


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 719 818**

51 Int. Cl.:

C04B 35/486 (2006.01)

C04B 41/85 (2006.01)

C04B 41/00 (2006.01)

C04B 41/50 (2006.01)

C04B 111/00 (2006.01)

C04B 111/80 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **21.11.2011** **PCT/CN2011/001934**

87 Fecha y número de publicación internacional: **10.01.2013** **WO13003990**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.11.2011** **E 11866437 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.01.2019** **EP 2573060**

54 Título: **Método para cambiar las propiedades translúcidas de materiales dentales de circonita**

30 Prioridad:

04.07.2011 CN 201110183991

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
16.07.2019

73 Titular/es:

**SHENZHEN UPCERA DENTAL TECHNOLOGY
CO., LTD (100.0%)
5th floor, Zhuyuan Building No.5 Kehua Road
Nanshan, Shenzhen, CN**

72 Inventor/es:

**WANG, HONGJUAN;
YAN, QINGYUN;
HE, LINGLING y
ZHENG, YANCHUN**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

Observaciones:

**Véase nota informativa (Remarks, Remarques o
Bemerkungen) en el folleto original publicado por
la Oficina Europea de Patentes**

ES 2 719 818 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

Método para cambiar las propiedades translúcidas de materiales dentales de circonita

Campo técnico

La presente invención se refiere a un método de cambio de la propiedad translúcida de material dental de circonita.

5 Antecedentes

Los materiales cerámicos tetragonales de circonita estabilizados con itria tienen buena biocompatibilidad y excelentes propiedades mecánicas. En particular, tienen una tenacidad a la fractura mucho mayor en comparación con los materiales cerámicos de alúmina. Desde los años 1990, se han usado materiales cerámicos de circonita como materiales de corona en la restauración dental fija. Sin embargo, debido a su deficiente transmisión de la luz, los materiales cerámicos de circonita requieren la colocación de carillas sobre la corona durante el procesamiento posterior cuando se realiza la restauración de dientes anteriores para pacientes jóvenes con fines estéticos para imitar el aspecto de los dientes naturales. Como resultado, aumenta el requisito de espacio de preparación del pilar. Además, puesto que la diferencia del coeficiente de expansión térmica entre la circonita y la carilla de cerámica es relativamente grande, mientras que la circonita y la carilla de cerámica no tienen buena unión química, la resistencia de unión entre la carilla de cerámica y la circonita es escasa y por tanto la carilla de cerámica puede desprenderse o romperse fácilmente. El estudio clínico de dientes completamente cerámicos de circonita indica que la tasa de fracaso de los dientes completamente cerámicos a base de circonita es superior al 10% tras un periodo de uso de 5 años. Con el fin de resolver los problemas de rotura de la carilla y de gran cantidad de artículos dentales listos para su uso, se ha puesto en práctica una restauración completa con circonita con una mayor translucidez y sin carilla de cerámica. Sin embargo, esta restauración tiene una sola transmisión de luz, por lo que es difícil imitar el aspecto de los dientes naturales respecto a su extremo translúcido y por tanto es estéticamente deficiente.

Los documentos DE102008026980, EP2025659 y DE19904522 dan a conocer métodos para dar color a materiales de circonita.

El documento EP1859757 da a conocer un método para producir materiales de circonita de múltiples colores.

25 Sumario de la presente invención

Un objeto de la presente invención es resolver los problemas identificados anteriormente en la técnica anterior y proporciona un método para cambiar la translucidez de material dental de circonita. Por tanto, la presente invención resuelve el problema de que la translucidez del material dental de circonita en la tecnología convencional puede no satisfacer la necesidad de los pacientes jóvenes en relación con el requisito de translucidez de la parte incisal de los dientes anteriores. Además, la presente invención es ventajosa en cuanto a la consistencia de bajo coste y calidad.

La solución técnica de la presente invención incluye las etapas siguientes:

preparación: preparar una disolución con una concentración del 10~73% en peso de sal de itrio soluble en agua o alcohol-agua,

inmersión I: sumergir una circonita presinterizada en la disolución anterior durante 0,5~30 minutos,

35 secado: secar la circonita presinterizada sumergida anteriormente;

sinterización: sinterizar la circonita presinterizada secada a 1400~1600°C durante 2 horas en un horno de resistencia de tipo caja a alta temperatura, y obtener un material de circonita con translucidez gradual.

Puede existir una etapa de inmersión II entre la etapa de secado y la etapa de sinterización, es decir, inmersión en la disolución de sal de itrio soluble de 2~10 veces.

40 Las etapas de inmersión I y II también pueden sustituirse por recubrimiento con cepillo de la circonita presinterizada con la disolución de sal de itrio o por inmersión en y recubrimiento con cepillo con la disolución de sal de itrio.

El principio de la presente invención es el siguiente:

3Y-TZP es una fase tetragonal en la que existe endurecimiento por transformación de fase y tiene una resistencia superior a 1000 MPa. Sin embargo, tiene una translucidez relativamente baja que no puede satisfacer la necesidad estética para los dientes anteriores en la restauración dental. 8Y-FSZ es un material de fase cúbica que es isotrópico y translúcido o transparente que puede obtenerse para satisfacer las necesidades de los pacientes jóvenes en relación con el requisito de translucidez para la parte incisal de los dientes anteriores. Sin embargo, dado que 8Y-FSZ no tiene endurecimiento por transformación de fase, su resistencia es de sólo aproximadamente 200 MPa. El contenido de Y se aumenta por inmersión en o por recubrimiento con cepillo con una disolución de sal de itrio, y se obtiene un material de mezcla que comprende fases tetragonales y cúbicas con alta resistencia y alta translucidez, por lo que se satisface la necesidad de los pacientes jóvenes en relación con el requisito de translucidez para la

parte incisal de los dientes anteriores. Además, dado que se satisface el requisito de translucidez, no se necesita la carilla de cerámica, por lo que se evita el desprendimiento o la rotura de carilla de cerámica, que se produce por la diferencia del coeficiente de expansión térmica entre el material de circonita y la carilla de cerámica.

El efecto ventajoso de la presente invención se describe de la siguiente forma:

- 5 Mediante la inmersión en o el recubrimiento con cepillo del material de circonita con una disolución de itrio, se satisface la necesidad de los pacientes jóvenes en relación con el requisito de translucidez para la parte incisal de los dientes anteriores en que el nivel de translucidez desde el cuello de la corona hasta la parte incisal cambia gradualmente de manera natural, similar a como ocurre en los dientes naturales. Además, no puede obtenerse un efecto de gradiente de color para la corona preparada añadiendo agentes de coloración en polvo de circonita o usando una disolución de tinte para la inmersión y tinción de la corona, mientras que la inmersión en o el recubrimiento con cepillo del material de circonita con una disolución de itrio puede producir un efecto de gradiente de color de la corona. Además, la presente invención implica etapas de funcionamiento sencillas y de bajo coste a la que vez que se proporciona alta consistencia en la calidad.

Descripción detallada de la realización preferida

- 15 La presente invención se describe en detalle en combinación con los ejemplos siguientes:

Ejemplo 1

- 20 En primer lugar, se prepara una disolución de nitrato de itrio con una concentración del 10% en peso en polietilenglicol-agua. Se sumerge una parte de una circonita presinterizada en la disolución de nitrato de itrio durante 15 minutos, luego se extrae de la disolución y se deja secar al aire. A continuación, se sinteriza la circonita presinterizada en un horno de tipo caja a alta temperatura a 1400~1600°C durante 2 horas y se obtiene un producto final con translucidez en gradiente.

El producto final anterior se somete a ensayo de la siguiente manera:

(1) Resistencia a la flexión en tres puntos (para la toma de muestras, véase la prueba de resistencia de unión entre la circonita y la carilla de cerámica)

- 25 Equipo: servo-máquina universal de ensayos de material de sobremesa TH8201-S

Tamaño de muestra: longitud mayor de 20 mm, anchura 4,0 mm, grosor 1,2 mm, envergadura 16 mm, velocidad de carga 0,5 mm/min.

Resultado del ensayo: la resistencia a la flexión en tres puntos es de 1076 MPa.

(2) Contraste de reflectancia

- 30 El grosor de la muestra es de 1,0 mm y el resultado del ensayo es 0,71

Ejemplo 2

- 35 En primer lugar, se prepara una disolución de nitrato de itrio en agua con una concentración del 30% en peso. Se sumerge una parte de una circonita presinterizada en la disolución de nitrato de itrio durante 30 minutos, luego se extrae de la disolución y se deja secar al aire. Finalmente, se sinteriza la circonita presinterizada en un horno de resistencia de tipo caja a alta temperatura a 1400~1600°C durante 2 horas y se obtiene un producto final con translucidez en gradiente.

El producto final anterior se somete a ensayo mediante el mismo método que se describió en el ejemplo 1.

Resultado del ensayo: la resistencia a la flexión en tres puntos es de 953 MPa y el contraste de reflectancia es de 0,70.

- 40 **Ejemplo 3**

En primer lugar, se prepara una disolución de nitrato de iterbio con una concentración del 45% en peso en polietilenglicol-agua. Se sumerge una parte de una circonita presinterizada en la disolución de nitrato de itrio durante 5 minutos, luego se extrae de la disolución y se deja secar al aire. A continuación, se recubre con cepillo la circonita secada al aire con la disolución de iterbio, se deja secar al aire y se sinteriza en un horno de resistencia de tipo caja a alta temperatura a 1400~1600°C durante 2 horas. Se obtiene un producto final con translucidez en gradiente.

El producto final anterior se somete a ensayo mediante el mismo método que se describió en el ejemplo 1.

Resultado del ensayo: la resistencia a la flexión en tres puntos es de 904 MPa y el contraste de reflectancia es de 0,69.

Ejemplo 4

5 En primer lugar, se prepara una disolución de nitrato de itrio con una concentración del 73% en peso en polietilenglicol-agua. Entonces se sumerge una parte de una circona presinterizada en la disolución de nitrato de itrio durante 0,5 minutos, se extrae de la disolución y se deja secar al aire. Finalmente, se sinteriza la circona presinterizada en un horno de resistencia de tipo caja a alta temperatura a 1400~1600°C durante 2 horas y se obtiene un producto final con translucidez en gradiente.

El producto final anterior se somete a ensayo mediante el mismo método que se describió en el ejemplo 1.

Resultado del ensayo: la resistencia a la flexión en tres puntos es de 873 MPa y el contraste de reflectancia es de 0,71.

10 Ejemplo 5

En primer lugar, se prepara una disolución de nitrato de itrio con una concentración del 60% en peso en glicerol-agua. Entonces se recubre con cepillo una circona presinterizada con la disolución de nitrato de itrio, se deja secar al aire y se sinteriza en un horno de resistencia de tipo caja a alta temperatura a 1400~1600°C durante 2 horas. Se obtiene un producto final con translucidez en gradiente.

15 El producto final anterior se somete a ensayo mediante el mismo método que se describió en el ejemplo 1.

Resultados del ensayo: la resistencia a la flexión en tres puntos es de 898 MPa y el contraste de reflectancia es de 0,70.

Ejemplo 6

20 En primer lugar, se prepara una disolución de nitrato de itrio con una concentración del 50% en peso en alcohol tetrahidrofurfúrico-agua. Se sumerge una parte de una circona presinterizada en la disolución de nitrato de itrio durante 3 minutos, luego se extrae de la disolución y se deja secar al aire. Entonces, se recubre con cepillo la circona presinterizada con la disolución de nitrato de itrio, se deja secar al aire y se sinteriza en un horno de resistencia de tipo caja a alta temperatura a 1400~1600°C durante 2 horas. Se obtiene un producto final con translucidez en gradiente.

25 El producto final anterior se somete a ensayo mediante el mismo método que se describió en el ejemplo 1.

Resultado del ensayo: la resistencia a la flexión en tres puntos es de 920 MPa y el contraste de reflectancia es de 0,68.

Ejemplo 7

30 En primer lugar, se prepara una disolución de nitrato de itrio con una concentración del 10% en peso en polietilenglicol-agua. Entonces se sumerge una parte de una circona presinterizada en la disolución de nitrato de itrio durante 10 minutos, se extrae de la disolución y se deja secar al aire. Se repitió el proceso de inmersión 3 veces. Finalmente, se sinteriza la circona presinterizada sumergida en un horno de resistencia de tipo caja a alta temperatura a 1400~1600°C durante 2 horas y se obtiene un producto final con translucidez en gradiente.

El producto final anterior se somete a ensayo mediante el mismo método que se describió en el ejemplo 1.

35 Resultados del ensayo: la resistencia a la flexión en tres puntos es de 1042 MPa y el contraste de reflectancia es de 0,69.

Ejemplo 8

40 En primer lugar, se preparan una disolución de nitrato de itrio con una concentración del 70% en peso en agua y una disolución de nitrato de iterbio con una concentración del 50% en peso en agua. Entonces se sumerge una parte de una circona presinterizada en la disolución de nitrato de itrio durante 5 minutos, se extrae y se deja secar al aire, y luego se sumerge en la disolución de nitrato de iterbio durante 5 minutos, se extrae y se deja secar al aire. Se sinteriza la circona presinterizada resultante en un horno de resistencia de tipo caja a alta temperatura a 1400~1600°C durante 2 horas y se obtiene un producto final con translucidez en gradiente.

El producto final anterior se somete a ensayo mediante el mismo método que se describió en el ejemplo 1.

45 Resultado del ensayo: la resistencia a la flexión en tres puntos es de 862 MPa y el contraste de reflectancia es de 0,67.

Un experto en la técnica entenderá que el alcance de protección de la presente invención se basa en las reivindicaciones y no se pretende que quede limitada por los ejemplos específicos.

REIVINDICACIONES

1. Método para cambiar la propiedad translúcida de materiales dentales de zircona, caracterizado porque el método comprende las etapas de:
- 5 preparación: preparar una disolución de una sal de itrio soluble en agua o en alcohol-agua con una concentración del 10~73% en peso;
- inmersión I: sumergir un material de zircona presinterizada en la disolución de sal de itrio soluble durante 0,5~30 minutos;
- secado: permitir que el material de zircona se seque;
- 10 sinterización: sinterizar el material de zircona secado en un horno de resistencia de tipo caja a alta temperatura a 1400~1600°C durante 2 horas para obtener un producto final de un material de zircona que comprende fases tetragonales y cúbicas con translucidez en gradiente.
2. Método para cambiar la propiedad translúcida de materiales dentales de zircona según la reivindicación 1, caracterizado porque la disolución de la sal de itrio soluble tiene una concentración del 70% en peso.
- 15 3. Método para cambiar la propiedad translúcida de materiales dentales de zircona según la reivindicación 1, caracterizado porque el alcohol-agua incluye un alcohol altamente soluble en agua seleccionado por ejemplo del grupo que consiste en glicerol, glicol, polietilenglicol 600 y alcohol tetrahidrofurfúrico.
4. Método para cambiar la propiedad translúcida de materiales dentales de zircona según la reivindicación 1, caracterizado porque existe una etapa de inmersión adicional II de sumergir en la disolución de sal de itrio de 2 a 10 veces entre la etapa de secado y la etapa de sinterización.
- 20 5. Método para cambiar la propiedad translúcida de materiales dentales de zircona según la reivindicación 4, caracterizado porque la etapa de inmersión I y la etapa de inmersión II se sustituyen por recubrimiento con cepillo de la disolución de sal de itrio, o por inmersión en y recubrimiento con cepillo con la disolución de sal de itrio.