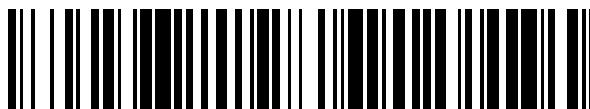


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 927 741**

51 Int. Cl.:

A61C 5/77	(2007.01)	C03C 21/00	(2006.01)
A61C 13/08	(2006.01)		
A61C 13/083	(2006.01)		
A61K 6/818	(2010.01)		
A61K 6/822	(2010.01)		
A61K 6/833	(2010.01)		
A61K 6/853	(2010.01)		
C03C 3/097	(2006.01)		
C03C 4/00	(2006.01)		
C03C 10/00	(2006.01)		

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.05.2016** **E 16170567 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.08.2022** **EP 3095435**

54 Título: **Método para producir una estructura dental**

30 Prioridad:

22.05.2015 DE 102015108178

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
10.11.2022

73 Titular/es:

DEGUDENT GMBH (50.0%)
Rodenbacher Chaussee 4
63457 Hanau, DE y
DENTSPLY SIRONA INC. (50.0%)

72 Inventor/es:

VOLLMANN, DR., MARKUS y
SCHUSSER, DR., UDO

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 927 741 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 producir una estructura dental

Antecedentes de la invención

La invención se refiere a un método para la producción de una estructura dental, tal como una cofia o corona, usando una cavidad que tiene una forma negativa de la estructura, que se forma en un material de revestimiento (masa de incrustación) con el uso de un modelo que prescribe la forma de la cavidad y que se puede retirar, en donde la cerámica de vidrio de silicato de litio fluida se prensa en la cavidad.

La patente europea EP 1 543 797 A1 describe un método para la producción de una estructura de cerámica dental, en particular, para el prensado contra, por encima de o alrededor de un armazón de metal o cerámica, en donde la cerámica fluida se prensa en una cavidad que corresponde a la forma negativa de la estructura correspondiente en una mufla a través de al menos un canal de alimentación.

El documento CH 668 699 A5 (igual a la patente europea EP 0 231 773 A1) describe un modelo de cera provisto de un tapón de cerámica en un material de revestimiento curable. Después de que el material de revestimiento se haya curado, se retira el tapón de modo que permanezca un canal de llenado. La cera se quema a través del calentamiento de modo que permanezca una cavidad de molde. Se introduce un material de cerámica en el canal de llenado y, con la ayuda de un émbolo de cerámica altamente resistente a la fundición, el material de cerámica plastificado se prensa en la cavidad.

Las publicaciones de I.L. Denry *et al.*, Enhanced Chemical Strengthening of Feldspathic Dental Porcelain, J Dent Res, octubre de 1993, páginas 1429 a 1433, y R.R. Seghi *et al.*, Effects of Ion Exchange on Hardness and Fracture Toughness of Dental Ceramics, The International Journal of Prosthodontics, volumen 5, n.º 4, 1992, páginas 309 a 314, describen estudios de cerámicas de material compuesto que comprenden tipos de vidrio feldespático en los que pueden estar presentes precipitados de leucita. A fin de aumentar la resistencia, se propuso reemplazar los iones de sodio por iones de litio y, a continuación, reemplazar los iones de litio por iones de potasio en un proceso de dos etapas. Los iones más pequeños también se pueden reemplazar por iones de rubidio. Esto permitió un aumento de la resistencia de hasta un máximo del 80% si se usaba óxido de rubidio. Sin embargo, el rubidio tiene la desventaja de que se aumenta el coeficiente de dilatación térmica de la cerámica.

A partir de la patente europea EP 2 062 665 A1 se conocen un material de revestimiento de cerámica para producir un molde de colada y un método para su producción. El material de revestimiento se produce a partir de una mezcla de partículas de cerámica, un agente aglomerante y un fluido de mezclado, que contiene al menos un polifosfato alcalino.

El documento DE 30 15 529 A1 describe un método para mejorar la resistencia mecánica de la porcelana dental. En este método, se recubre una reparación con esmalte de modo que haya un intercambio de iones alcalinos en el esmalte. Para este fin, se sumerge la reparación en un baño de sal fundida a una temperatura entre 200 °C y el punto de transición del esmalte.

La patente europea EP 3053 886 A1, que es un documento que pertenece al estado de la técnica definido en el Artículo 54(3) del EPC, describe un método para la producción de un cuerpo médico que comprende o contiene una cerámica de vidrio de silicato de litio. A fin de permitir que se aumente la resistencia del cuerpo de forma, se propone que, en un cuerpo de preforma que comprenda o contenga una cerámica de vidrio de silicato de litio con una geometría que corresponda al cuerpo de forma, se cree una tensión de compresión superficial mediante el reemplazo de iones de litio con iones alcalinos de mayor diámetro, en donde, después de la sustitución de los iones, el cuerpo de preforma se use como cuerpo de forma.

Fischer *et al.* describen el fortalecimiento químico del material de cerámica de vidrio de disilicato de litio mediante intercambio iónico, publicado en el Journal of Biomedical Materials Research Part A, vol. 87A (3), 2008, páginas 582 - 587.

El documento US 2015/104655 A1 describe un método en donde el vidrio cristalino de alta resistencia colocado sobre la parte superior de las subestructuras de circonia se refuerza mediante el método de intercambio iónico usando sal alcalina de nitrato.

El uso de cerámica de vidrio de silicato de litio como material de cerámica se ha demostrado en el uso en la tecnología dental. Las pellas derivadas de la cerámica de vidrio se pueden prensar en la cavidad mediante los métodos descritos anteriormente.

Compendio de la invención

El objeto de la presente invención, como se define en la reivindicación 1, consiste en proporcionar un método para producir una estructura dental en el que se use una cerámica de vidrio de silicato de litio como cerámica y que tenga una alta resistencia después de la producción de la estructura. El aumento de la resistencia se ha de lograr a través

de medidas sencillas en comparación con las de las cerámicas de vidrio de silicato de litio conocidas. A fin de lograr este objetivo, se propone principalmente que se cree una tensión de compresión superficial en la estructura de cerámica a través del reemplazo de iones de litio por iones alcalinos, por que el modelo se enriquece con compuestos alcalinos o el modelo se cubre con una capa de un material que contiene iones alcalinos.

- 5 En particular, la invención proporciona el uso de un material que contiene iones de potasio para formar la capa que genera la tensión de compresión superficial.

- 10 A fin de dar lugar al reemplazo de iones de litio por iones más grandes en la medida necesaria y, por lo tanto, de lograr el aumento deseado en la resistencia a través del desarrollo de la tensión de compresión superficial, los compuestos alcalinos en forma de sales de ácidos inorgánicos u orgánicos, tales como nitratos, carbonatos, acetatos o cloruros, se usan y aplican en una capa de espesor D donde $10 \mu\text{m} \leq D \leq 100 \mu\text{m}$.

En particular, el porcentaje de los iones alcalinos, p. ej., iones de potasio, iones de sodio, iones de cesio o iones de rubidio, en el material de revestimiento/el modelo/la capa está en el intervalo del 0,5-10% en peso.

El modelo es, en particular, un modelo de cera como el conocido de los sistemas de anillo (mufla).

- 15 Sorprendentemente, se halló que, cuando los iones de litio presentes en el cuerpo de forma de la cerámica de vidrio de silicato de litio se reemplazan por iones de metal alcalino más grandes, se generan una tensión previa y, por tanto, una tensión de compresión superficial, lo que conduce a un aumento sustancial de la resistencia.

La invención se caracteriza por que el material de cerámica que se va a prensar, tal como una pella, se deriva de una masa fundida de vidrio que tiene la siguiente composición en porcentaje en peso:

- SiO_2 al 50-80, preferiblemente al 52-70, especial y preferiblemente al 56-61
- 20 - agente nucleante, tal como P_2O_5 , al 0,5-11, preferiblemente al 3-8, especial y preferiblemente al 4-7
- Al_2O_3 al 0-10, preferiblemente al 0,5-5, especial y preferiblemente al 1,5-3,2
- Li_2O al 10-25, preferiblemente al 13-22, especial y preferiblemente al 14-21
- K_2O al 0-13, preferiblemente al 0,5-8, especial y preferiblemente al 1,0-2,5
- Na_2O al 0-1, preferiblemente al 0-0,5, especial y preferiblemente al 0,2-0,5
- 25 - ZrO_2 al 0-20, preferiblemente al 4-16, en particular, al 6-14, especial y preferiblemente al 8-12
- CeO_2 al 0-10, preferiblemente al 0,5-8, especial y preferiblemente al 1,0-2,5
- Tb_4O_7 al 0-8, preferiblemente al 0,5-6, especial y preferiblemente a entre el 1,0 y el 2,0
- opcionalmente, un óxido o varios óxidos de un metal alcalinotérreo o varios metales alcalinotérreos del grupo magnesio, calcio, estroncio y bario
- 30 al 0-20, preferiblemente al 0-10, especial y preferiblemente al 0-5,
- opcionalmente, uno o más aditivos del grupo B_2O_3 , MnO_2 , Fe_2O_3 , V_2O_5 , TiO_2 , Sb_2O_3 , ZnO , SnO_2 y fluoruros al 0-6, preferiblemente al 0-4
- opcionalmente, uno o más óxidos de metales de tierras raras con los números atómicos 57, 59-64, 66-71, en particular, lantano, itrio, praseodimio, erbio y europio,
- 35 al 0-5, preferiblemente al 0-3

en donde la suma total es del 100% en peso.

La expresión "opcionalmente un óxido o varios óxidos" significa que no es absolutamente necesario que uno o más óxidos estén contenidos en la masa fundida de vidrio.

En particular, se prefiere la siguiente composición en porcentaje en peso:

SiO_2	al 58,1±2,0
P_2O_5	al 5,0±1,5
Al_2O_3	al 4,0±2,5
Li_2O	al 16,5±4,0

K ₂ O	al 2,0±0,2
ZrO ₂	al 10,0±0,5
CeO ₂	al 0-3, preferiblemente al 1,5±0,6
Tb ₄ O ₇	al 0-3, preferiblemente al 1,2±0,4,
Na ₂ O	al 0-0,5, preferiblemente al 0,2-0,5

en donde la suma total es del 100% en peso.

A fin de derivar las pellas, la masa fundida de vidrio se vierte en los moldes correspondientes. Después del enfriamiento hasta temperatura ambiente, la pella así obtenida se somete a al menos un primer tratamiento térmico W1 a una temperatura T_{W1} durante un periodo de tiempo t_{W1} , en donde $620\text{ °C} \leq T_{W1} \leq 800\text{ °C}$, en particular, $650\text{ °C} \leq T_{W1} \leq 750\text{ °C}$ y/o $1\text{ minuto} \leq t_{W1} \leq 200\text{ minutos}$, preferiblemente $10\text{ minutos} \leq t_{W1} \leq 60\text{ minutos}$.

Esta etapa da como resultado la formación de núcleos y cristales de metasilicato de litio.

En particular, a fin de obtener la cristalización final, en particular, para producir cristales de disilicato de litio o transformar los cristales de metasilicato en cristales de disilicato, está previsto que la muestra en bruto de cerámica de vidrio de silicato de litio, después del primer tratamiento térmico W1, se someta a un segundo tratamiento térmico W2 a una temperatura T_{W2} durante un tiempo t_{W2} , en donde $800\text{ °C} \leq T_{W2} \leq 1.040\text{ °C}$, preferiblemente $800\text{ °C} \leq T_{W2} \leq 900\text{ °C}$ y/o $2\text{ minutos} \leq t_{W2} \leq 200\text{ minutos}$, preferiblemente $3\text{ minutos} \leq t_{W2} \leq 30\text{ minutos}$.

Los siguientes valores de temperatura y velocidades de calentamiento se eligen preferiblemente para las etapas de tratamiento térmico que conducen a una cristalización previa/cristalización final. Con respecto al primer tratamiento térmico W1, se proporciona, en particular, un enfoque de dos etapas, en donde una primera fase de mantenimiento está en el intervalo de 640 °C a 680 °C y una segunda fase de mantenimiento está en el intervalo de 720 °C a 780 °C . En cada fase de mantenimiento, la muestra en bruto calentada se mantiene a una temperatura durante un periodo de tiempo; en la primera fase, este es preferiblemente entre 35 y 45 minutos y, en la segunda fase, preferiblemente entre 15 y 25 minutos.

Una estructura de cerámica dental del tipo mencionado anteriormente se caracteriza, en particular, por que se crea una tensión de compresión superficial en la estructura de cerámica dental a través del reemplazo de iones de litio por iones alcalinos de mayor diámetro y por que el porcentaje de iones alcalinos que reemplazan los iones de litio desde la superficie hasta una profundidad de $10\text{ }\mu\text{m}$ está en el intervalo del 5-20% en peso.

A fin de crear la tensión de compresión superficial en el grado deseado, los iones alcalinos son iones de Na, K y/o Rb.

Un aspecto particular es que, a una profundidad entre $8\text{ }\mu\text{m}$ y $12\text{ }\mu\text{m}$ desde la superficie, los iones alcalinos están presentes en el intervalo del 5-10% en peso y/o, a una profundidad entre $12\text{ }\mu\text{m}$ y $14\text{ }\mu\text{m}$ desde la superficie, los iones alcalinos están presentes en el intervalo del 4-8% en peso y/o, a una profundidad de entre $14\text{ }\mu\text{m}$ y $18\text{ }\mu\text{m}$ desde la superficie, el intervalo de los iones alcalinos es del 1-3% en peso, en donde el porcentaje en peso de los iones alcalinos disminuye de capa a capa.

Preferiblemente, una pella se deriva mediante las etapas del método descritas anteriormente, para prensarse, a continuación, para formar una estructura de cerámica dental.

Los aspectos, las ventajas y las características adicionales de la invención se derivan no solo de las reivindicaciones y las características que se desprenden de las mismas, solas y/o en combinación, sino también de la realización de ejemplo que se presenta a continuación.

Una composición de partida como sigue en porcentaje en peso

SiO ₂	al 59,8
P ₂ O ₅	al 5,5
Al ₂ O ₃	al 3
Li ₂ O	al 15,1
K ₂ O	al 1,2
ZrO ₂	al 9,7
B ₂ O ₃	al 2,7
Na ₂ O	al 0,2

CeO ₂	al 1,4
Tb ₄ O ₇	al 1,4
Pr ₆ O ₁₁	al 0,1
Y ₂ O ₃	al 0,4
V ₂ O ₅	al 0,3
MnO ₂	al 0,1

se mezcló en un mezclador de tambor hasta que resultó una mezcla visualmente uniforme.

La mezcla se vertió en un crisol de una aleación de platino de alta resistencia a la temperatura y se fundió a una temperatura de 1.500 °C durante 5 horas. A continuación, la masa fundida se vertió en moldes para derivar barras rectangulares de las siguientes dimensiones: longitud de 15 mm, ancho de 4,1 mm, altura de 1,2 mm. Las barras se dejaron enfriar, se retiraron y se sometieron a dos etapas de tratamiento térmico; en la primera etapa de tratamiento térmico, se calentaron a una velocidad de -16.387 °C/minuto (2 K/minuto) a 660 °C y se mantuvieron a esta temperatura durante 40 minutos. A continuación, se calentaron hasta 750 °C a una velocidad de calentamiento de -16.379 °C/minuto (10 K/minuto). Las muestras se mantuvieron a esta temperatura durante 20 minutos. Estos tratamientos térmicos, denominados la primera etapa de tratamiento térmico, influyen en la nucleación y se forman cristales de metasilicato de litio. A continuación, se llevó a cabo la cristalización final a una temperatura de 850 °C durante 8 minutos de modo que se formaran cristales de disilicato de litio o se formaran a partir de cristales de metasilicato de litio. A continuación, estos se enfriaron hasta temperatura ambiente. A continuación, se determinó la resistencia a la flexión de tres puntos de las barras mediante el método proporcionado en la norma ISO 6872. Para este fin, las muestras (barras) se montaron sobre dos soportes separados por una distancia de 10 mm. Un pistón de carga actuó sobre las muestras entre las barras, con la punta en contacto con la muestra que tenía un radio de 0,8 mm. El valor medio de la resistencia a la flexión fue de 165 N/mm² con una desviación típica de 10 N/mm².

Se aplicó el mismo método para obtener pellas para su prensado en una cavidad que tenía las dimensiones de una barra.

El material de revestimiento que envolvía la cavidad, que comprendía cristobalita unida a fosfato, se enriqueció con iones de potasio con un porcentaje en peso del 1%. El material de revestimiento con la pella se introdujo en un horno de prensado. A continuación, la pella plastificada se prensó en la cavidad a una temperatura de prensado de aprox. 900 °C. A continuación, esta se enfrió hasta temperatura ambiente y se retiró el cuerpo de cerámica de vidrio de silicato de litio (muestra) y se llevó a cabo una determinación de la resistencia a la flexión de tres puntos, como se describió anteriormente. Se prepararon y sometieron a ensayo diez de tales muestras. El valor medio de la resistencia a la flexión fue de 195 N/mm² con una desviación típica de 15 N/mm².

Las micrografías de las muestras mostraron, además, que hasta una profundidad de entre 10 µm y 15 µm desde la superficie, el porcentaje de iones de potasio estaba en el intervalo del 6,5-8% en peso.

En una segunda serie de ensayos, se incrustó un cuerpo de cera correspondiente a las dimensiones de la muestra en el material de revestimiento como modelo, con la cera quemada, a continuación, en un horno en el que se introdujeron el material de revestimiento y el cuerpo de cera. La cera se enriqueció con iones de potasio, representando los iones de potasio el 1% en peso. A continuación, se prensó una pella de cerámica de vidrio de silicato de litio plastificada en la cavidad como se describió anteriormente y, después del enfriamiento y la retirada del cuerpo de muestra, se determinó la resistencia a la flexión de tres puntos, como se indica en la norma ISO 6872. El valor medio de la resistencia a la flexión de 10 muestras fue de 215 N/mm² con una desviación típica de 15 N/mm².

En una serie de ensayos adicional, el modelo de cera no se enriqueció con iones de potasio, sino que en su lugar el modelo de cera se cubrió con una capa de sal que contenía iones de potasio. Se usó nitrato de potasio como sal y el espesor de la capa fue de 100 µm.

Después de la quema de la cera, como resultado de lo cual, como en la serie de ensayos 2, los iones de potasio se difundieron en la pared del material de revestimiento que delimitaba la cavidad, se prepararon diez muestras como ya se describió mediante el prensado de pellas de cerámica de vidrio de silicato de litio.

Las mediciones de tres puntos realizadas como ya se describió produjeron un valor medio de la resistencia a la flexión de 230 N/mm² con una desviación típica de 20 N/mm².

Breve descripción de los dibujos

Los detalles, las ventajas y los rasgos adicionales se pueden encontrar en la siguiente descripción de una realización preferida que se encuentra en los dibujos, en los que:

la Fig. 1 muestra un material de revestimiento endurecido con una cavidad,

la Fig. 2 muestra una primera realización de un modelo positivo, y

la Fig. 3 muestra una segunda realización de un modelo positivo.

Descripción de las realizaciones preferidas

5 La Fig. 1 es una vista en sección transversal de un material 10 de revestimiento endurecido con una cavidad 12. La parte superior de la cavidad 12 es el molde 14 negativo de una estructura dental que se va a producir. La parte inferior es un canal 16 de mazarota para el prensado de una pella de cerámica de vidrio de silicato de litio plastificada en el molde 14 negativo. El molde 14 negativo con el canal 16 de mazarota se forma después de posicionar un respectivo modelo positivo en un molde de mufla y el espacio interior del molde de mufla se llena con material de revestimiento. Después de que el material de revestimiento se haya endurecido, se retira el molde de mufla y se calienta el material de revestimiento endurecido, de modo que el material del modelo positivo se pueda fundir y fluir hacia fuera del material de revestimiento. En la cavidad, que se forma así, se prensa, a continuación, la cerámica de vidrio de silicato de litio. Los respectivos modelos 18, 20 positivos con partes 22, 24 de mazarota se muestran en las Fig. 2 y 3.

15 El modelo 18 positivo de la estructura dental que se va a producir según la Fig. 2 se elabora de cera o un material similar enriquecido con compuestos alcalinos. Según la Fig. 3, el modelo 20 positivo se elabora de cera o un material similar y se cubre con una capa de material que contiene iones alcalinos. Las partes en forma de barra 22, 24 correspondientes al canal 16 de mazarota del molde negativo se elaboran de cera o un material similar y no deben contener iones alcalinos.

20 Según un aspecto adicional, el material de revestimiento también podría contener iones y compuestos alcalinos, respectivamente, o como alternativa a los iones y/o compuestos alcalinos de los modelos 18, 20 positivos, respectivamente.

25 A fin de producir la estructura dental, la cerámica de vidrio de silicato de litio se prensa en la cavidad 12. Para este fin, el material 10 de revestimiento se introduce en un horno, con el fin de prensar la cerámica de vidrio de silicato de litio, después de haberse hecho fluida, en la cavidad 12 a través del canal 16 de mazarota. Como el material del modelo 18, 20 positivo y/o el material 10 de revestimiento contiene iones y compuestos alcalinos, respectivamente, los iones de litio del material de cerámica se reemplazan por iones alcalinos con el resultado de que se crea una tensión de compresión superficial.

REIVINDICACIONES

1. Método para producir una estructura dental, tal como una cofia o corona, usando una cavidad que tiene una forma negativa de la estructura, que se forma en un material de revestimiento usando un modelo que prescribe la forma de la cavidad y se puede retirar, en donde la cerámica de vidrio de silicato de litio fluida se prensa en la cavidad,

5 caracterizado por que

se crea una tensión de compresión superficial en la estructura de cerámica a través del reemplazo de iones de litio por iones alcalinos de mayor diámetro, por que el modelo se enriquece con compuestos alcalinos o el modelo se cubre con una capa de un material que contiene iones alcalinos; en donde la capa se aplica con un espesor D donde $10 \mu\text{m} \leq D \leq 100 \mu\text{m}$; y en donde la cerámica de vidrio de silicato de litio se deriva de una masa fundida de vidrio que contiene los siguientes componentes de partida en porcentaje en peso

- SiO_2 al 50-80, preferiblemente al 52-70, especial y preferentemente al 56-61

- agentes nucleantes, tales como P_2O_5 ,

al 0,5-11, preferiblemente al 3-8, especial y preferiblemente al 4-7

- Al_2O_3 al 0-10, preferiblemente al 0,5-5, especial y preferiblemente al 1,5-3,2

15 - Li_2O al 10-25, preferiblemente al 13-22, especial y preferiblemente al 14-21

- K_2O al 0-13, preferiblemente al 0,5-8, especial y preferiblemente al 1,0-2,5

- Na_2O al 0-1, preferiblemente al 0-0,5, especial y preferiblemente al 0,2-0,5

- ZrO_2 al 0-20, preferiblemente al 4-16, en particular, al 6-14, especial y preferiblemente al 8-12

- CeO_2 al 0-10, preferiblemente al 0,5-8, especial y preferiblemente al 1,0-2,5

20 - Tb_4O_7 al 0-8, preferiblemente al 0,5-6, especial y preferiblemente al 1,0-2,0

- opcionalmente, un óxido o varios óxidos de un metal alcalinotérreo o varios metales alcalinotérreos del grupo magnesio, calcio, estroncio, bario

al 0-20, preferiblemente al 0-10, especial y preferiblemente al 0-5,

- opcionalmente, uno o más aditivos del grupo B_2O_3 , MnO_2 , Fe_2O_3 , V_2O_5 , TiO_2 , Sb_2O_3 , ZnO , SnO_2 y fluoruros

25 al 0-6, preferiblemente al 0-4,

- opcionalmente, uno o más óxidos de metales de tierras raras con los números atómicos 57, 59-64, 66-71, en particular, lantano, itrio, praseodimio, erbio y europio,

al 0-5, preferiblemente al 0-3.

2. Método según la reivindicación 1,

30 caracterizado por que

para formar la capa, con la que se cubre el modelo, se usa el material que contiene iones de potasio y que comprende al menos una sal de un grupo de ácidos inorgánicos u orgánicos, tales como nitratos, carbonatos, acetatos o cloruros.

3. Método según la reivindicación 1 o 2,

caracterizado por que

35 se usan compuestos alcalinos en forma de una o más sales de ácidos inorgánicos u orgánicos, tales como nitratos, carbonatos, acetatos o cloruros.

4. Método según al menos una de las reivindicaciones anteriores,

caracterizado por que

40 el porcentaje en peso de los iones alcalinos en el modelo o en la capa que cubre el modelo está en el intervalo del 0,5-10% en peso.

5. Método según al menos una de las reivindicaciones anteriores,

caracterizado por que

la masa fundida de vidrio contiene como componentes de partida en porcentaje en peso los siguientes

SiO ₂	al 58,1±2,0
P ₂ O ₅	al 5,0±1,5
Al ₂ O ₃	al 4,0±2,5
Li ₂ O	al 16,5±4,0
K ₂ O	al 2,0±0,2
ZrO ₂	al 10,0±0,5
CeO ₂	al 0-3, preferiblemente al 1,5±0,6
Tb ₄ O ₇	al 0-3, preferiblemente al 1,2±0,4,
Na ₂ O	al 0-0,5, preferiblemente al 0,2-0,5

6. Método según al menos una de las reivindicaciones anteriores,

5 caracterizado por que

se forma una pella a partir de la masa fundida de vidrio y se somete a al menos un primer tratamiento térmico W1 a una temperatura T_{W1} durante un periodo de tiempo t_{W1} , en donde $620\text{ °C} \leq T_{W1} \leq 800\text{ °C}$, en particular, $650\text{ °C} \leq T_{W1} \leq 750\text{ °C}$ y $1\text{ minuto} \leq t_{W1} \leq 200\text{ minutos}$, preferiblemente $10\text{ minutos} \leq t_{W1} \leq 60\text{ minutos}$.

7. Método según la reivindicación 6,

10 caracterizado por que

el primer tratamiento térmico W1 se lleva a cabo en dos etapas, en donde, en particular, en la primera etapa, la temperatura T_{S11} es $630\text{ °C} \leq T_{S11} \leq 690\text{ °C}$ y, en la segunda etapa, la temperatura T_{S12} es $720\text{ °C} \leq T_{S12} \leq 780\text{ °C}$ y/o la velocidad de calentamiento A_{S11} hasta la temperatura T_{S11} es $-16.387,5\text{ °C/minuto (1,5 K/minuto)} \leq A_{S11} \leq -16.386,5\text{ °C/minuto (2,5 K/minuto)}$ y la velocidad de calentamiento A_{S12} hasta la temperatura T_{S12} es $-16.381\text{ °C/minuto (8 K/minuto)} \leq A_{S12} \leq -16.377\text{ °C/minuto (12 K/minuto)}$.

8. Método según la reivindicación 6 o 7,

caracterizado por que

la pella de cerámica de vidrio de silicato de litio después del primer tratamiento térmico W1 se somete a un segundo tratamiento térmico W2 a una temperatura T_{W2} durante un periodo de tiempo t_{W2} , en donde $800\text{ °C} \leq T_{W2} \leq 1.040\text{ °C}$, preferiblemente $800\text{ °C} \leq T_{W2} \leq 870\text{ °C}$ y $5\text{ minutos} \leq t_{W2} \leq 200\text{ minutos}$, preferiblemente $5\text{ minutos} \leq t_{W2} \leq 30\text{ minutos}$.

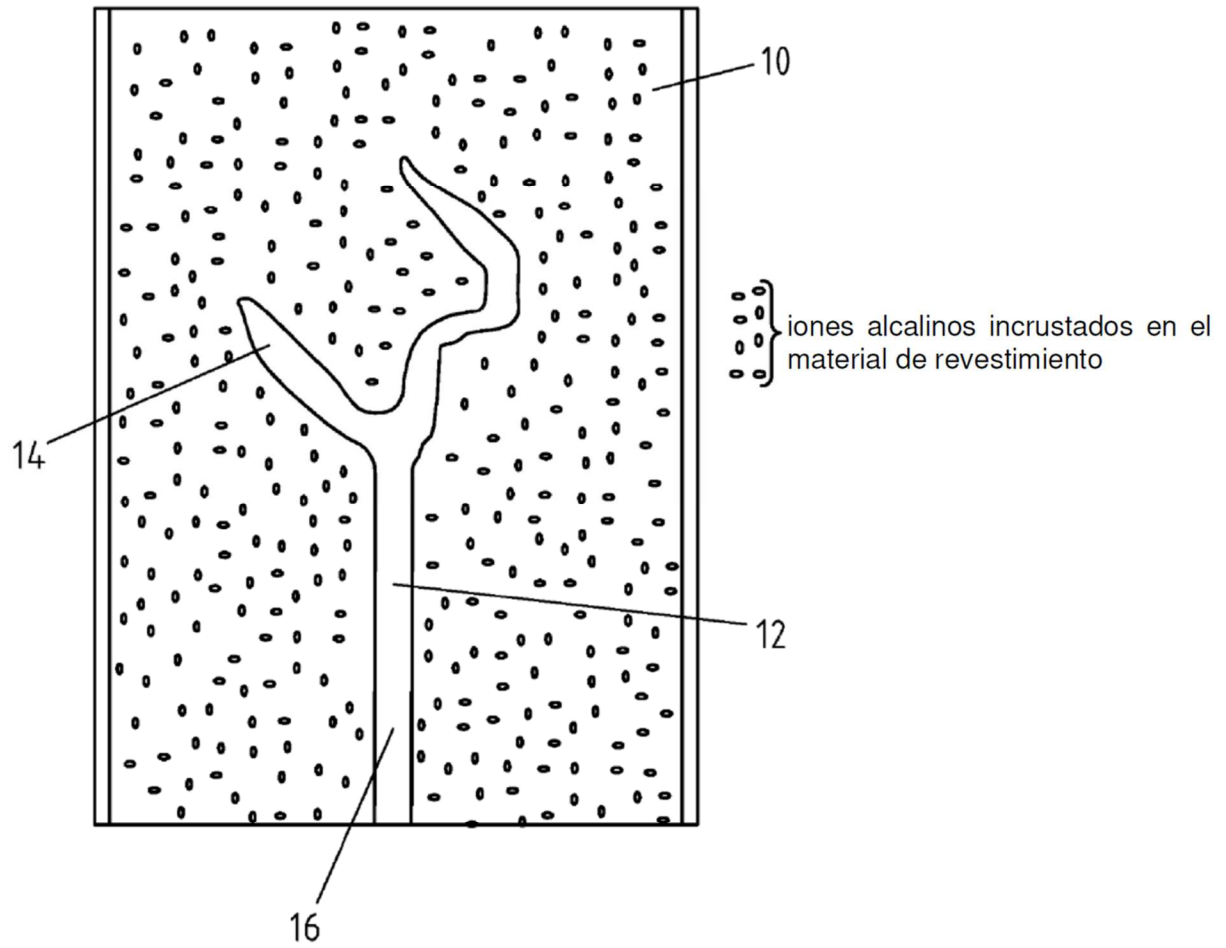


Fig. 1

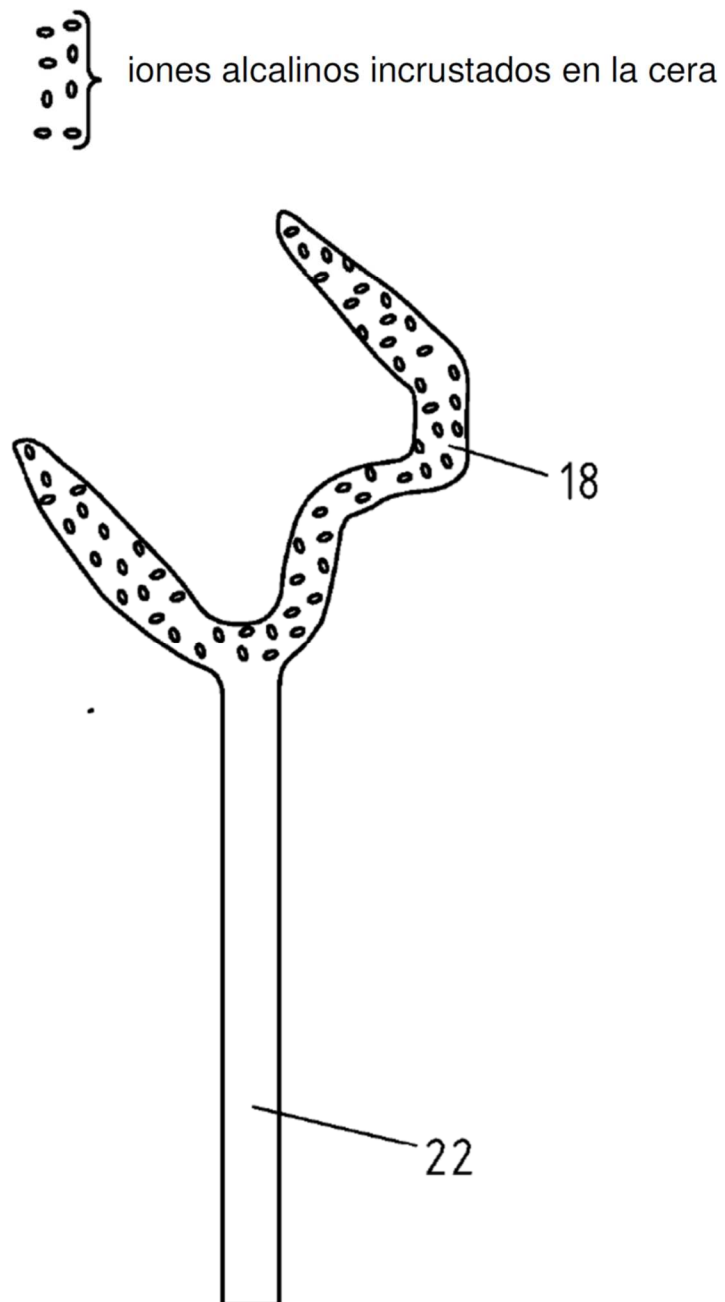


Fig. 2

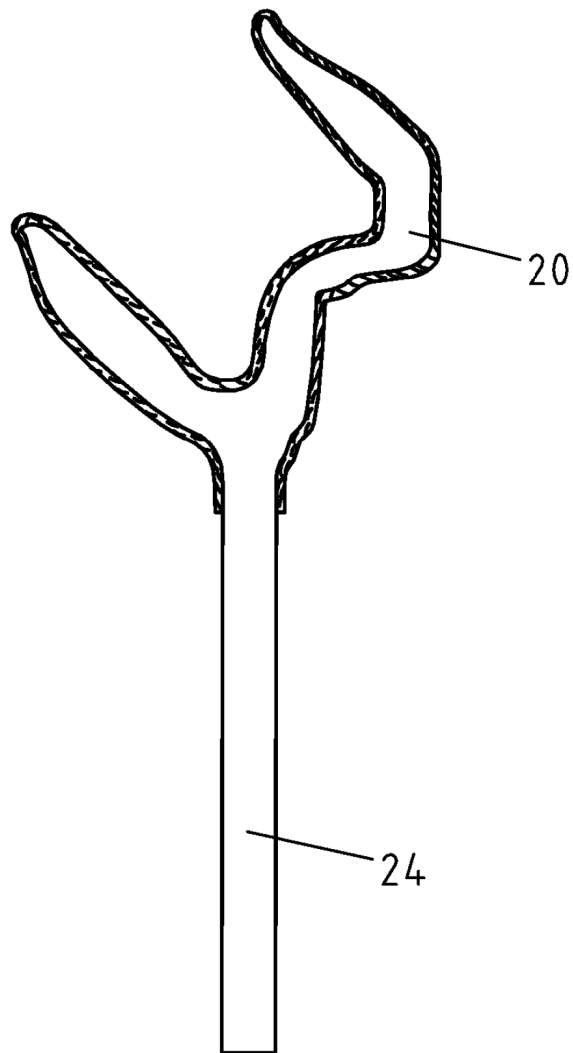


Fig. 3