

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **3 023 485**

51 Int. Cl.:

C03C 3/087 (2006.01)

C03C 3/097 (2006.01)

C03C 10/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.10.2015** **E 23198357 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.01.2025** **EP 4273106**

54 Título: **Vitrocerámica de silicato de litio y cuarzo alfa**

30 Prioridad:

25.08.2015 EP 15182307

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

02.06.2025

73 Titular/es:

IVOCLAR VIVADENT AG (100.00%)

Bendererstrasse 2

9494 Schaan, LI

72 Inventor/es:

RITZBERGER, CHRISTIAN;

RAMPF, MARKUS;

HÖLAND, WOLFRAM;

DITTMER, MARC y

SCHWEIGER, MARCEL

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 3 023 485 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

Vitrocerámica de silicato de litio y cuarzo α

La invención se refiere a una vitrocerámica de silicato de litio y cuarzo α , adecuada para su uso en odontología, preferentemente para la producción de restauraciones dentales, así como a precursores para la producción de esta vitrocerámica.

Las vitrocerámicas de silicato de litio se caracterizan en general por muy buenas propiedades mecánicas, por lo que se utilizan desde hace tiempo en el sector dental, principalmente para la producción de coronas dentales y pequeños puentes dentales.

Los documentos US 5.507.981 y US 5.702.514 describen vitrocerámicas de disilicato de litio que se procesan para obtener restauraciones dentales mediante prensado en estado viscoso. Sin embargo, para ello es absolutamente necesario el uso de un crisol deformable, lo que hace que el procesamiento sea muy costoso.

Los documentos EP 827941 y EP 916625 describen vitrocerámicas de disilicato de litio, a las que puede darse la forma de la restauración dental deseada mediante prensado o mecanizado.

Los documentos EP 1505041 y EP 1688398 describen procedimientos para producir restauraciones dentales de vitrocerámicas de disilicato de litio. En ello, en primer lugar, se genera como intermedio una vitrocerámica con metasilicato de litio como fase cristalina principal, que puede procesarse mecánicamente con facilidad, por ejemplo, mediante procedimientos CAD/CAM. Este intermedio se somete después a un tratamiento térmico adicional para formar la vitrocerámica de disilicato de litio de alta resistencia deseada. Los tratamientos térmicos utilizados durante el procedimiento deben elegirse de tal manera que se evite la formación de fases cristalinas indeseables como, por ejemplo, cristobalita.

El documento WO 2013/053864 describe vitrocerámicas de silicato de litio que contienen un óxido metálico divalente y pueden procesarse para obtener restauraciones dentales mediante prensado en caliente y así como mecanizado.

Del documento WO 2013/164256 se conocen vitrocerámicas que presentan disilicato de litio como fase cristalina principal y apatita como fase cristalina adicional. Las vitrocerámicas se caracterizan por una alta estabilidad química y pueden conformarse para obtener las restauraciones dentales deseadas mediante mecanizado o prensado en caliente.

El documento US 2015/0104655 describe vitrocerámicas que, en función de la composición y del tratamiento térmico elegido para la cristalización, pueden contener como fases cristalinas disilicato de litio, metasilicato de litio, fosfato de litio, cristobalita, tridimita, cuarzo o espodumena. Las vitrocerámicas se destinan en particular al revestimiento de cerámicas de óxido de circonio.

Sin embargo, el mecanizado de las vitrocerámicas de disilicato de litio convencionales es difícil debido a su alta resistencia y, por tanto, suele ir acompañado de un gran desgaste de las herramientas utilizadas. También es posible y considerablemente más sencillo el mecanizado de las correspondientes vitrocerámicas de metasilicato de litio como precursores. No obstante, después de la conformación mediante mecanizado, se requiere un tratamiento térmico adicional para generar la restauración de vitrocerámica de disilicato de litio de alta resistencia.

Por tanto, se necesitan vitrocerámicas de silicato de litio que puedan mecanizarse fácilmente y que no requieran ningún tratamiento térmico adicional después de este procesamiento para conferir a la restauración dental generada las propiedades mecánicas deseadas. En ello, las vitrocerámicas de silicato de litio no solo deben tener muy buenas propiedades mecánicas, sino asimismo disponer de muy buenas propiedades ópticas, para satisfacer también los altos requisitos estéticos que se exigen a un material dental de restauración.

Este objetivo se consigue mediante el uso según las reivindicaciones 1 a 17. Asimismo, es objeto de la invención el procedimiento según las reivindicaciones 18 y 19.

La vitrocerámica de silicato de litio y cuarzo α según la invención se caracteriza por que contiene silicato de litio como fase cristalina principal y cuarzo α como fase cristalina adicional.

Sorprendentemente, se ha demostrado que la vitrocerámica según la invención reúne una combinación de propiedades mecánicas y ópticas muy deseables, como las que precisamente se requieren para un material dental de restauración. La vitrocerámica tiene una alta resistencia y, sin embargo, puede dársele fácilmente la forma de una restauración dental mediante mecanizado. No es necesario un tratamiento térmico posterior para lograr una resistencia satisfactoria. Además, no era de esperar que, al presentar cuarzo α como fase cristalina adicional además de silicato de litio como fase cristalina principal, pudieran lograrse no obstante muy buenas propiedades ópticas. Porque muchas fases cristalinas secundarias tienen un efecto negativo sobre las propiedades ópticas de las vitrocerámicas de silicato de litio. Por ejemplo, pueden reducir la translucidez y también pueden perjudicar la capacidad de colorear la vitrocerámica, lo que puede crear dificultades considerables a la hora de imitar el color del material dental natural que va a sustituirse.

La vitrocerámica de silicato de litio y cuarzo α según la invención contiene en particular del 59,0 al 79,0, preferentemente del 64,0 al 78,0 y con particular preferencia del 64,0 al 76,0 % en peso de SiO_2 .

En otra forma de realización, la vitrocerámica de silicato de litio y cuarzo α según la invención contiene en particular del 68,0 al 79,0, preferentemente del 69,0 al 78,0 y con particular preferencia del 70,0 al 76,0 % en peso de SiO_2 .

Además, se prefiere que la vitrocerámica de silicato de litio y cuarzo α según la invención contenga del 8,0 al 15,0, con particular preferencia del 9,0 al 14,0 y con muy particular preferencia del 10,0 al 13,5 % en peso de Li_2O . Se supone que el Li_2O reduce la viscosidad de la matriz vítrea y promueve así la cristalización de las fases deseadas.

En otra forma de realización preferida, la vitrocerámica contiene del 0 al 9,0, preferentemente del 2,0 al 6,0 y con particular preferencia del 3,0 al 5,0 % en peso de P_2O_5 . Se supone que el P_2O_5 actúa como nucleante.

Además es preferible que la vitrocerámica contenga del 2,0 al 8,0 y en particular del 2,0 al 7,0 % en peso de óxidos de elementos monovalentes Me_2O seleccionados del grupo formado por K_2O , Na_2O , Rb_2O , Cs_2O y mezclas de los mismos.

Con particular preferencia, la vitrocerámica contiene al menos uno y en particular todos los siguientes óxidos de elementos monovalentes Me_2O en las cantidades especificadas:

<u>Componente</u>	<u>% en peso</u>
Na_2O	0 al 2,0
Rb_2O	0 al 8,0
Cs_2O	0 al 7,0

Según la invención la vitrocerámica contiene del 2,0 al 3,5 % en peso de K_2O .

Además, se prefiere que la vitrocerámica contenga del 1,0 al 9,0, preferentemente del 2,0 al 8,0 y con particular preferencia del 3,0 al 7,0 % en peso de óxidos de elementos divalentes $\text{Me}^{\text{II}}\text{O}$ seleccionados del grupo formado por CaO , MgO , SrO , ZnO y mezclas de los mismos.

En otra forma de realización preferida, la vitrocerámica contiene menos del 2,0 % en peso de BaO . En particular, la vitrocerámica está esencialmente exenta de BaO .

Preferentemente, la vitrocerámica contiene al menos uno y en particular todos los siguientes óxidos de elementos divalentes $\text{Me}^{\text{II}}\text{O}$ en las cantidades especificadas:

<u>Componente</u>	<u>% en peso</u>
CaO	0 al 3,0
MgO	0 al 6,0
SrO	0 al 4,0
ZnO	0 al 9,0

En una forma de realización especialmente preferida la vitrocerámica según la invención contiene del 1,0 al 6,0, en particular del 1,5 al 6,0, preferentemente del 2,0 al 5,5, con particular preferencia del 3,1 al 5,5 y con muy particular preferencia del 3,4 al 5,0 % en peso de MgO .

Además se prefiere una vitrocerámica que contenga del 0 al 8,0, preferentemente del 1,0 al 7,0 y con particular preferencia del 2,0 al 6,5 % en peso de óxidos de elementos trivalentes $\text{Me}^{\text{III}}_2\text{O}_3$ seleccionados del grupo formado por Al_2O_3 , B_2O_3 , Y_2O_3 , La_2O_3 , Ga_2O_3 , In_2O_3 y mezclas de los mismos.

Con particular preferencia, la vitrocerámica contiene al menos uno y en particular todos los siguientes óxidos de elementos trivalentes $\text{Me}^{\text{III}}_2\text{O}_3$ en las cantidades especificadas:

<u>Componente</u>	<u>% en peso</u>
Al_2O_3	1,0 al 6,0
B_2O_3	0 al 4,0
Y_2O_3	0 al 5,0
La_2O_3	0 al 5,0
Ga_2O_3	0 al 3,0
In_2O_3	0 al 5,0

En una forma de realización particularmente preferida, la vitrocerámica según la invención contiene del 1,0 al 6,0 y preferentemente del 2,0 al 5,0 % en peso de Al_2O_3 .

- 5 Además, se prefiere una vitrocerámica que contenga del 0 al 10,0 con particular preferencia del 0 al 8,0 % en peso de óxidos de elementos tetravalentes $\text{Me}^{\text{IV}}\text{O}_2$ seleccionados del grupo formado por ZrO_2 , TiO_2 , SnO_2 , CeO_2 , GeO_2 y mezclas de los mismos.

Con particular preferencia, la vitrocerámica contiene al menos uno y en particular todos los siguientes óxidos de elementos tetravalentes $\text{Me}^{\text{IV}}\text{O}_2$ en las cantidades especificadas:

<u>Componente</u>	<u>% en peso</u>
ZrO_2	0 al 3,0
TiO_2	0 al 4,0
SnO_2	0 al 3,0
GeO_2	0 al 9,0, particularmente 0 al 8,0
CeO_2	0 al 4,0

En otra forma de realización la vitrocerámica contiene del 0 al 8,0, preferentemente del 0 al 6,0 % en peso de óxidos de elementos pentavalentes $\text{Me}^{\text{V}}\text{O}_5$ seleccionados del grupo formado por V_2O_5 , Ta_2O_5 , Nb_2O_5 y mezclas de los mismos.

- 10 Con particular preferencia, la vitrocerámica contiene al menos uno y en particular todos los siguientes óxidos de elementos pentavalentes $\text{Me}^{\text{V}}\text{O}_5$ en las cantidades especificadas:

<u>Componente</u>	<u>% en peso</u>
V_2O_5	0 al 2,0
Ta_2O_5	0 al 5,0
Nb_2O_5	0 al 5,0

En otra forma de realización, la vitrocerámica contiene del 0 al 5,0, preferentemente del 0 al 4,0 % en peso de óxidos de elementos hexavalentes $\text{Me}^{\text{VI}}\text{O}_3$ seleccionados del grupo formado por WO_3 , MoO_3 y mezclas de los mismos.

- 15 Con particular preferencia, la vitrocerámica contiene al menos uno y en particular todos los siguientes óxidos $\text{Me}^{\text{VI}}\text{O}_3$ en las cantidades especificadas:

<u>Componente</u>	<u>% en peso</u>
WO ₃	0 al 3,0
MoO ₃	0 al 3,0

En otra forma de realización, la vitrocerámica según la invención contiene del 0 al 1,0 y en particular del 0 al 0,5 % en peso de flúor.

Se prefiere en particular una vitrocerámica que contenga al menos uno y preferentemente todos los componentes siguientes en las cantidades especificadas:

<u>Componente</u>	<u>% en peso</u>
SiO ₂	59,0 al 79,0 o 68,0 al 79,0
Li ₂ O	8,0 al 15,0
P ₂ O ₅	0 al 9,0
Me ^I ₂ O	2,0 al 8,0
Me ^{II} O	1,0 al 9,0
Me ^{III} ₂ O ₃	0 al 8,0
Me ^{IV} O ₂	0 al 10,0
Me ^V ₂ O ₅	0 al 8,0
Me ^{VI} O ₃	0 al 5,0
Flúor	0 al 1,0

- 5 n donde Me^I₂O, Me^{II}O, Me^{III}₂O₃, Me^{IV}O₂, Me^V₂O₅ y Me^{VI}O₃ tienen el significado indicado anteriormente.

En otra forma de realización particularmente preferida, la vitrocerámica contiene al menos uno y preferentemente todos los componentes siguientes en las cantidades especificadas:

<u>Componente</u>	<u>% en peso</u>
SiO ₂	59,0 al 79,0 o 68,0 al 79,0
Li ₂ O	8,0 al 15,0
P ₂ O ₅	0 al 9,0
K ₂ O	2,0 al 3,5
Na ₂ O	0 al 2,0
Rb ₂ O	0 al 8,0
Cs ₂ O	0 al 7,0
CaO	0 al 3,0
MgO	0 al 6,0

SrO	0 al 4,0
ZnO	0 al 9,0
Al ₂ O ₃	1,0 al 6,0
B ₂ O ₃	0 al 4,0
Y ₂ O ₃	0 al 5,0
La ₂ O ₃	0 al 5,0
Ga ₂ O ₃	0 al 3,0
In ₂ O ₃	0 al 5,0
ZrO ₂	0 al 3,0
TiO ₂	0 al 4,0
SnO ₂	0 al 3,0
GeO ₂	0 al 9,0, particularmente 0 al 8,0
CeO ₂	0 al 4,0
V ₂ O ₅	0 al 2,0
Ta ₂ O ₅	0 al 5,0
Nb ₂ O ₅	0 al 5,0
WO ₃	0 al 3,0
MoO ₃	0 al 3,0
Flúor	0 al 1,0

Algunos de los componentes mencionados anteriormente pueden actuar como colorantes y/o agentes fluorescentes. La vitrocerámica según la invención puede contener además otros colorantes y/o agentes fluorescentes. Estos pueden seleccionarse, por ejemplo, de entre de Bi₂O₃ o Bi₂O₅ y en particular de entre otros pigmentos inorgánicos y/u óxidos de elementos d y f como, por ejemplo, los óxidos de Mn, Fe, Co, Pr, Nd, Tb, Er, Dy, Eu e Yb. Mediante estos colorantes y agentes fluorescentes, es posible colorear fácilmente la vitrocerámica para imitar las propiedades ópticas deseadas, en particular del material dental natural. Es sorprendente que esto sea posible sin dificultad a pesar de la presencia de cuarzo α como fase cristalina adicional.

En la vitrocerámica según la invención la relación molar entre SiO₂ y Li₂O está en el intervalo de 2,2 a 3,5. Es sorprendente que dentro de este amplio intervalo sea posible la producción de la vitrocerámica según la invención con silicato de litio como fase cristalina principal y cuarzo α como fase cristalina adicional.

El término "fase cristalina principal" se refiere a la fase cristalina que tiene la fracción de masa más alta de todas las fases cristalinas presentes en la vitrocerámica. La determinación de la masa de las fases cristalinas se realiza en particular según el método de Rietveld. Un procedimiento adecuado para el análisis cuantitativo de las fases cristalinas con el método de Rietveld se describe, por ejemplo, en la Tesis Doctoral de M. Dittmer "*Gläser und Glaskeramiken im System MgO-Al₂O₃-SiO₂ mit ZrO₂ als Keimbildner*", Universidad de Jena, 2011.

Se prefiere que la vitrocerámica según la invención contenga disilicato de litio o metasilicato de litio como fase cristalina principal. En una forma de realización particularmente preferida, la vitrocerámica según la invención contiene disilicato de litio como fase cristalina principal, ya que esta vitrocerámica presenta una combinación especialmente ventajosa de propiedades deseables.

En el caso de una vitrocerámica según la invención con metasilicato de litio como fase cristalina principal, se prefiere

que la vitrocerámica contenga también disilicato de litio como fase cristalina adicional, además de cuarzo α .

Se prefiere que la vitrocerámica según la invención presente al menos el 20 % en peso, preferentemente del 25 al 55 % en peso y con particular preferencia del 30 al 55 % en peso de cristales de disilicato de litio.

- 5 Se prefiere además que la vitrocerámica según la invención presente del 0,2 al 28 % en peso y con particular preferencia del 0,5 al 25 % en peso de cristales de cuarzo α .

Además de silicato de litio y cuarzo α , la vitrocerámica según la invención puede contener también otras fases cristalinas como, por ejemplo, apatita, aluminosilicato de cesio y en particular fosfato de litio. Sin embargo, la cantidad de cristobalita debe ser lo menor posible y en particular ser inferior al 1,0 % en peso. Se prefiere particularmente que la vitrocerámica según la invención esté esencialmente exenta de cristobalita.

- 10 El tipo y en particular la cantidad de las fases cristalinas formadas puede controlarse a través de la composición del vidrio de partida, así como del tratamiento térmico utilizado para producir la vitrocerámica a partir del vidrio de partida. Los ejemplos ilustran esto mediante la variación de la composición del vidrio de partida y el tratamiento térmico aplicado.

- 15 La vitrocerámica presenta una elevada resistencia a la rotura biaxial, preferentemente de al menos 200 MPa y con particular preferencia de 250 a 460 MPa. La resistencia a la rotura biaxial se determina según la norma ISO 6872 (2008) (Prueba de pistón sobre tres bolas).

Es particularmente sorprendente que, a pesar de esta alta resistencia a la rotura, la vitrocerámica según la invención pueda mecanizarse fácil y rápidamente con aparatos de fresado y rectificado asistidos por ordenador para moldear dicha vitrocerámica, por ejemplo, en forma de una restauración dental.

- 20 La vitrocerámica según la invención presenta un coeficiente de expansión térmica CET (medido en el intervalo de 100 a 500 °C) de preferentemente 9,5 a $14,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. El CET se determina según la norma ISO 6872 (2008). El coeficiente de expansión térmica se ajusta a un valor deseado en particular mediante el tipo y la cantidad de las fases cristalinas presentes en la vitrocerámica, así como de la composición química de la vitrocerámica.

La translucidez de la vitrocerámica se determina en forma del valor de contraste (valor CR) según la norma británica BS 5612, y este valor de contraste es preferentemente de 40 a 92.

- 25 La combinación especial de propiedades que presenta la vitrocerámica según la invención permite incluso su utilización como material dental y en particular como material para la producción de restauraciones dentales.

La invención también se refiere a distintos precursores con las composiciones correspondientes, a partir de los cuales puede producirse la vitrocerámica de silicato de litio y cuarzo α según la invención mediante un tratamiento térmico. Estos precursores son un vidrio de partida de la composición correspondiente y un vidrio de partida de la composición correspondiente con núcleos. El término "composición correspondiente" se refiere a que estos precursores contienen los mismos componentes en las mismas cantidades que la vitrocerámica, en donde los componentes, a excepción del flúor, se calculan como óxidos, como es habitual en el caso de vidrios y vitrocerámicas.

- 30 Por tanto, la invención se refiere también a un vidrio de partida que contiene los componentes de la vitrocerámica de disilicato de litio y cuarzo α según la invención.

Por tanto, la invención se refiere también a un vidrio de partida que contiene los componentes de la vitrocerámica de disilicato de litio y cuarzo α según la invención.

- 35 Por tanto, el vidrio de partida según la invención contiene en particular las cantidades adecuadas de SiO_2 y Li_2O que son necesarias para la formación de la vitrocerámica según la invención con silicato de litio como fase cristalina principal y cuarzo α como fase cristalina adicional. Además, el vidrio de partida también puede contener otros componentes, como se indican anteriormente para la vitrocerámica de silicato de litio y cuarzo α según la invención. Para los componentes del vidrio de partida se prefieren todas aquellas formas de realización que también se indican como preferidas para los componentes de la vitrocerámica de silicato de litio y cuarzo α según la invención.

- 40

La invención se refiere también a un vidrio de partida tal que contiene núcleos para la cristalización de metasilicato de litio, disilicato de litio y/o cuarzo α .

Mediante un tratamiento térmico del vidrio de partida puede generarse en primer lugar como precursor adicional un vidrio de partida con núcleos. A continuación, mediante el tratamiento térmico de este precursor adicional puede generarse la vitrocerámica de silicato de litio y cuarzo α según la invención. Se prefiere que la formación de la vitrocerámica de silicato de litio y cuarzo α según la invención tenga lugar mediante el tratamiento térmico del vidrio de partida con núcleos.

- 45

Se prefiere someter el vidrio de partida a un tratamiento térmico a una temperatura de 400 a 600 °C, en particular de 450 a 550 °C, preferentemente durante un tiempo de 5 a 120 minutos, en particular de 10 a 60 minutos, con el fin de generar el vidrio de partida con núcleos para la cristalización de metasilicato de litio, disilicato de litio y/o cuarzo α .

- 50

Se prefiere además someter el vidrio de partida con núcleos a un tratamiento térmico a una temperatura de 700 a 900 °C, en particular durante un tiempo de 1 a 120 min, preferentemente de 5 a 120 min, con particular preferencia de 10 a 60 min, para producir la vitrocerámica de silicato de litio y cuarzo α . Para producir la vitrocerámica de silicato

de litio y cuarzo α , el tratamiento térmico del vidrio de partida con núcleos se realiza con particular preferencia a una temperatura de 700 a 880 °C, en particular de 750 a 850 °C, preferentemente durante un tiempo de 5 a 120 minutos, con particular preferencia de 10 a 60 minutos.

- 5 La invención también se refiere a un procedimiento para producir la vitrocerámica de silicato de litio y cuarzo α según la invención, en donde el vidrio de partida o el vidrio de partida con núcleos se somete a al menos un tratamiento térmico a una temperatura de 700 a 900 °C durante un tiempo en particular de 1 a 120 minutos, preferentemente de 5 a 120 minutos y con particular preferencia de 10 a 60 minutos.

- 10 El vidrio de partida y el vidrio de partida con núcleos, por ejemplo, en forma de pieza bruta de vidrio macizo, compacto de polvo o polvo, pueden someterse a al menos un tratamiento térmico. El al menos un tratamiento térmico realizado en el procedimiento según la invención también puede tener lugar en el contexto de un prensado en caliente o sinterizado del vidrio de partida según la invención o del vidrio de partida con núcleos según la invención.

Según la invención, el procedimiento comprende

- (a) el tratamiento térmico del vidrio de partida a una temperatura de 400 a 600 °C para formar el vidrio de partida con núcleos, y
- 15 (b) el tratamiento térmico del vidrio de partida con núcleos a una temperatura de 700 a 900 °C para formar la vitrocerámica de silicato de litio y cuarzo α .

La duración de los tratamientos térmicos realizados en (a) y (b) es de 5 a 120 minutos y preferentemente de 10 a 60 minutos.

- 20 Para producir el vidrio de partida se procede en particular de tal manera que una mezcla de materiales de partida adecuados como, por ejemplo, carbonatos, óxidos, fosfatos y fluoruros, se funde a temperaturas en particular de 1.300 a 1 600 °C durante 2 a 10 horas. Para conseguir una homogeneidad particularmente alta, la masa fundida de vidrio obtenida se vierte en agua para formar un granulado de vidrio, y el granulado obtenido vuelve a fundirse.

A continuación, la masa fundida puede verterse en moldes para generar piezas en bruto del vidrio de partida, las denominadas piezas brutas de vidrio macizo o piezas brutas monolíticas.

- 25 También es posible volver a verter la masa fundida en agua para producir un granulado. Después de moler y en su caso añadir otros componentes, como colorantes y agentes fluorescentes, este granulado puede prensarse para obtener una pieza bruta, denominada compacto de polvo.

Finalmente, el vidrio de partida también puede procesarse después de la granulación para obtener un polvo.

- 30 A continuación, el vidrio de partida, por ejemplo, en forma de pieza bruta de vidrio macizo, compacto de polvo o en forma de polvo, se somete a al menos un tratamiento térmico. Se prefiere realizar inicialmente un primer tratamiento térmico para producir un vidrio de partida según la invención con núcleos adecuados para la formación de cristales de metasilicato de litio, disilicato de litio y/o cuarzo α . Después, el vidrio con núcleos se somete habitualmente a al menos otro tratamiento térmico a mayor temperatura para que tenga lugar la cristalización del silicato de litio, en particular de disilicato de litio, y del cuarzo α .

- 35 Las vitrocerámicas según la invención y los vidrios según la invención se presentan en particular en forma de polvos, granulados o piezas brutas de cualquier forma y tamaño, por ejemplo, piezas brutas monolíticas como láminas, cubos o cilindros, o como compactos de polvo, en forma no sinterizada, parcialmente sinterizada o densamente sinterizada. En estas formas pueden procesarse posteriormente con facilidad. Sin embargo, también pueden presentarse en forma de restauraciones dentales como inlays, onlays, coronas, carillas, fundas o pilares.

- 40 A partir de las vitrocerámicas según la invención y los vidrios según la invención pueden producirse restauraciones dentales como puentes, inlays, onlays, coronas, carillas, fundas o pilares. Por tanto, la invención también se refiere a su uso para la producción de restauraciones dentales. En ello, se prefiere dar a la vitrocerámica o al vidrio la forma de la restauración dental deseada mediante prensado o mecanizado.

- 45 El prensado suele realizarse a presión y temperatura elevadas. Se prefiere realizar el prensado a una temperatura de 700 a 1.200 °C. Además, se prefiere realizar el prensado a una presión de 2.000 a 10.000 hPa (2 a 10 bar). Durante el prensado, se logra el moldeado deseado mediante el flujo viscoso del material utilizado. Para el prensado pueden utilizarse el vidrio de partida según la invención y en particular el vidrio de partida con núcleos según la invención y la vitrocerámica de silicato de litio y cuarzo α según la invención. En ello, los vidrios y vitrocerámicas según la invención pueden utilizarse en particular en forma de piezas brutas de cualquier forma y tamaño, por ejemplo, piezas brutas macizas o compactos de polvo, por ejemplo, en forma no sinterizada, parcialmente sinterizada o densamente sinterizada.
- 50

El mecanizado se realiza habitualmente mediante procedimientos de desbaste y en particular mediante fresado y/o rectificado. Se prefiere particularmente que el mecanizado se lleve a cabo en el contexto de un procedimiento CAD/CAM. Para el mecanizado pueden utilizarse el vidrio de partida según la invención, el vidrio de partida con núcleos según la invención y la vitrocerámica de silicato de litio y cuarzo α según la invención. En ello, los vidrios y

vitrocerámicas según la invención pueden utilizarse en particular en forma de piezas brutas, por ejemplo, piezas brutas macizas o compactos de polvo, por ejemplo, en forma no sinterizada, parcialmente sinterizada o densamente sinterizada. Para el mecanizado se utiliza preferentemente la vitrocerámica de silicato de litio y cuarzo α según la invención.

5 Una vez producida la restauración dental con la forma deseada, por ejemplo, por prensado o mecanizado, ésta todavía puede tratarse térmicamente para reducir la porosidad, por ejemplo, de un compacto de polvo poroso utilizado.

Sin embargo, las vitrocerámicas según la invención y los vidrios según la invención también son adecuados como material de revestimiento, por ejemplo, para cerámicas y vitrocerámicas. Por tanto, la invención también se refiere al uso de los vidrios según la invención o las vitrocerámicas según la invención para el revestimiento, en particular, de cerámicas y vitrocerámicas.

10 La invención también se refiere a un procedimiento para el revestimiento de cerámicas, metales, aleaciones metálicas y vitrocerámicas, en donde se aplica vitrocerámica según la invención o vidrio según la invención sobre la cerámica o la vitrocerámica y se expone a temperatura elevada.

15 Esto puede realizarse en particular mediante sinterización o mediante la unión de una cubierta producida por CAD-CAM con una soldadura de vidrio o un adhesivo adecuado y preferentemente mediante la aplicación de presión. En la sinterización, la vitrocerámica o el vidrio se aplican de la manera habitual, por ejemplo, en forma de polvo, sobre el material que va a revestirse, como por ejemplo cerámica o vitrocerámica, y después se sinterizan a temperatura elevada. En la aplicación de presión preferida, la vitrocerámica o el vidrio según la invención, por ejemplo, en forma de compactos de polvo o piezas brutas monolíticas, se tratan a una temperatura elevada, por ejemplo, de 700 a 1.200 °C, y a una presión, por ejemplo, de 2.000 a 10.000 hPa (2 a 10 bar). A tal efecto, pueden utilizarse en particular 20 los procedimientos descritos en el documento EP 231773 y el horno de prensado allí descrito. Un horno adecuado es, por ejemplo, el modelo Programat EP 5000 de Ivoclar Vivadent AG, Liechtenstein.

Se prefiere que, una vez finalizado el proceso de revestimiento, la vitrocerámica según la invención presente silicato de litio, en particular disilicato de litio, como fase cristalina principal y cuarzo α como fase cristalina adicional, ya que una vitrocerámica de este tipo tiene unas propiedades especialmente buenas.

25 Debido a las propiedades descritas anteriormente de las vitrocerámicas según la invención y los vidrios según la invención, estos son particularmente adecuados para su uso en odontología. Por tanto, es objeto de la invención también el uso de las vitrocerámicas según la invención o los vidrios según la invención como material dental y en particular para la producción de restauraciones dentales o como material de revestimiento para restauraciones dentales, como coronas, puentes y pilares.

30 La invención se explica con más detalle a continuación mediante ejemplos no limitantes.

Ejemplos

Ejemplos 1 a 34 - Composición y fases cristalinas

35 Se produjeron un total de 34 vidrios y vitrocerámicas con la composición indicada en la tabla I mediante fusión de los vidrios de partida correspondientes, así como tratamientos térmicos posteriores para la nucleación y cristalización controladas.

Los tratamientos térmicos utilizados para la nucleación controlada y la cristalización controlada también se indican en la tabla I. Aquí significan

T_g	Temperatura de transición vítrea determinada mediante CDB
T_F y t_F	Temperatura y tiempo empleados para fundir el vidrio de partida
40 T_N y t_N	Temperatura aplicada y tiempo para la nucleación del vidrio de partida
T_C y t_C	Temperatura aplicada y tiempo para la cristalización.
T_{Prs} y t_{Prs}	Temperatura aplicada y tiempo para la cristalización por prensado en caliente
Valor CR	Valor de contraste de la vitrocerámica determinado según la norma británica BS 5612 con uso de: aparato: espectrómetro CM-3700d (Konica-Minolta)
45	parámetros de medición: área de medición: 7 mm x 5 mm tipo de medición: remisión/reflexión intervalo de medición: 400-700 nm

tamaño de la muestra:

diámetro: 15-20 mm

espesor: 2 +/- 0,025 mm

paralelismo de planos: +/- 0,05 mm

5 rugosidad de la superficie: aprox. 18 µm.

CET Coeficiente de expansión térmica de la vitrocerámica según la norma ISO 6872 (2008), medido en el intervalo de 100 a 500 °C)

σ_{Biax} Resistencia a la rotura biaxial, medida según la norma dental ISO 6872 (2008)

10 Las cantidades de las fases cristalinas se determinaron según el método de Rietveld. Para ello se utilizaron polvos de las respectivas vitrocerámicas, mezclados con Al_2O_3 (nombre del producto: Taimicron TM-DAR, de Taimei Chemicals, Co. Ltd., Japón) como estándar interno en una proporción del 50 % en peso de vitrocerámica y el 50 % en peso de Al_2O_3 . Esta mezcla se suspendió con acetona para lograr el mejor mezclado posible. Luego, la mezcla se secó a aproximadamente 80 °C. Después se utilizó un difractómetro D8 Advance de Bruker para registrar un difractograma en el intervalo de 2θ de 10 a 100° mediante radiación de Cuka y un tamaño de paso de 2θ de 0,014°. A continuación, este difractograma se evaluó con el software TOPAS de Bruker para determinar las proporciones de las fases. Para todos los difractogramas se aplicó un límite inferior para el tamaño de cristalita del Li_3PO_4 de aproximadamente 30 nm.

20 Para producir los vidrios y vitrocerámicas, primero se fundieron los vidrios de partida en cantidades de 100 a 200 g a partir de las materias primas habituales a 1.500 °C o 1.400 °C durante un tiempo de 1 a 3 horas, en donde la fusión fue posible muy fácilmente sin la formación de burbujas o estrías. Mediante el vertido de los vidrios de partida en agua se produjeron vidrios fritados que luego se fundieron una segunda vez a 1.500 °C o 1.400 °C durante 1 hora para su homogeneización.

25 Un primer tratamiento térmico de los vidrios de partida a una temperatura de 460 a 550 °C condujo a la formación de vidrios con núcleos. Estos vidrios nucleados cristalizaron mediante un tratamiento térmico adicional a entre 760 y 880 °C para formar vitrocerámicas con silicato de litio como fase cristalina principal y cuarzo α como fase cristalina adicional, como se comprobó mediante estudios de difracción de rayos X. Por tanto, se obtuvieron cerámicas de vidrio de silicato de litio y cuarzo α.

A) Bloques de vidrio macizo

30 En los ejemplos 1-26, 28 y 31-34, las vitrocerámicas se fabricaron a partir de bloques de vidrio macizo. Para ello, los granulados de vidrio obtenidos volvieron fundirse a la temperatura T_F durante un tiempo t_F . Las masas fundidas del vidrio de partida obtenidas se vertieron luego en un molde de grafito para generar bloques de vidrio macizo. Estos monolitos de vidrio se relajaron a la temperatura T_N durante un tiempo t_N , con lo que pudo tener lugar la nucleación. A continuación, los vidrios de partida nucleados se calentaron durante un tiempo t_C a una temperatura T_C . De este modo se formaron vitrocerámicas con disilicato de litio como fase cristalina principal y cuarzo α como fase secundaria, como pudo comprobarse mediante estudios de difracción de rayos X a temperatura ambiente.

35 Se supone que en esta variante del procedimiento se produce una cristalización volumétrica de disilicato de litio y cuarzo α.

B) Compactos de polvo

40 En el ejemplo 27, la vitrocerámica se produjo a partir de compactos de polvo. Para ello, el granulado de vidrio obtenido se molió en un molino de óxido de circonio hasta un tamaño de grano de <90 µm. A continuación, se prensaron aproximadamente 4 g de este polvo para obtener piezas brutas cilíndricas, que se sinterizaron en un horno de sinterización (Programat® de Ivoclar Vivadent AG) a la temperatura T_C y con un tiempo de permanencia t_C para obtener densos cuerpos vitrocerámicos. Mediante la sinterización se formó una vitrocerámica con metasilicato de litio como fase cristalina principal y disilicato de litio y cuarzo α como fases secundarias, como pudo comprobarse mediante estudios de difracción de rayos X a temperatura ambiente.

45 C) Producción de una restauración dental a partir de bloques según A)

50 Los bloques de vitrocerámica generados según los ejemplos 1-26, 28 y 31-34 se mecanizaron en una unidad de CAD/CAM para obtener las restauraciones dentales deseadas, por ejemplo, coronas. Para ello, los bloques cristalizados se equiparon con un soporte adecuado y luego se les dio la forma deseada en una unidad de rectificado inLab MC XL de Sirona Dental GmbH, Alemania. Para procesar las piezas brutas pueden utilizarse los mismos parámetros de rectificado que para los bloques comerciales e.max CAD, Ivoclar Vivadent, Liechtenstein.

D) Prensado en caliente de la vitrocerámica

En el ejemplo 19, para el que se indican una T_{PR} y un t_{PR} , la vitrocerámica se produjo a partir de bloques de vidrio macizo mediante prensado en caliente.

- 5 Para ello, el granulado de vidrio obtenido volvió a fundirse a la temperatura T_F durante un tiempo t_F . La masa fundida del vidrio de partida obtenida se vertió luego en un molde de acero precalentado para generar varillas. A continuación, estas varillas de vidrio monolíticas se relajaron a una temperatura T_N durante un tiempo t_N , con lo que pudo tener lugar la nucleación. Las varillas se cortaron después en pequeños cilindros con una masa de aproximadamente 4 a 6 g. Estos pequeños cilindros se cristalizaron luego a una temperatura T_C durante un tiempo t_C . Después, los cilindros nucleados y cristalizados se prensaron en un horno de prensado caliente a la temperatura T_{PR} con un tiempo de permanencia t_{PR} para obtener un cuerpo moldeado. Tras el prensado en caliente se obtuvo una vitrocerámica con disilicato de litio como fase cristalina principal y cuarzo α como fase cristalina adicional, como pudo comprobarse mediante estudios de difracción de rayos X a temperatura ambiente del cuerpo moldeado formado.

E) Sinterización de un vidrio nucleado

- 15 En el ejemplo 29, el vidrio de partida se fundió a 1.500 °C durante 2 horas y después se enfrió en agua. El granulado de vidrio obtenido se sometió a continuación a nucleación a una temperatura T_N durante un tiempo t_N . El vidrio de partida nucleado se molió hasta obtener un polvo con un tamaño de grano medio de 20 μm . A partir de este polvo de vidrio nucleado se produjo una probeta, para determinar la expansión térmica y las propiedades ópticas, que se cristalizó y sinterizó densamente a una temperatura T_C y un tiempo t_C . Tras la sinterización densa se obtuvo una vitrocerámica con disilicato de litio como fase cristalina principal y cuarzo α como fase secundaria adicional, como pudo comprobarse mediante estudios de difracción de rayos X a temperatura ambiente del cuerpo moldeado formado.

Tabla I

Ejemplo n.º	1	2	3	4	5
Composición	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso
SiO ₂	74,3	73,3	72,0	72,0	74,9
Li ₂ O	11,2	12,6	13,3	12,3	10,7
K ₂ O	3,4	3,2	3,5	3,4	3,4
Rb ₂ O	-	-	-	-	-
MgO	4,4	1,4	4,5	4,4	4,4
CaO	-	1,9	-	-	-
SrO	-	-	-	-	-
Al ₂ O ₃	2,8	3,5	2,8	2,8	2,8
Ga ₂ O ₃	-	-	-	-	-
Er ₂ O ₃	-	-	-	0,1	-
CeO ₂	-	-	-	0,8	-
V ₂ O ₅	-	-	-	0,1	-
P ₂ O ₅	3,9	4,1	3,9	3,9	3,8
F ⁻	-	-	-	-	-
Tb ₄ O ₇	-	-	-	0,3	-
T _g / °C	471	465	469	463	471

ES 3 023 485 T3

$T_F / ^\circ\text{C}, t_F / \text{min}$	1.500, 120	1.520, 120	1.500, 120	1.500, 120	1.500, 120
$T_N / ^\circ\text{C}, t_N / \text{min}$	500, 30	480, 10	500, 30	500, 30	500, 30
$T_C / ^\circ\text{C}, t_C / \text{min}$	800, 30	800, 15	800, 30	810,20	800, 30
Fase cristalina principal (% en peso)	$\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ (40,9)	$\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$	$\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ (51,3)	$\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ (43,4)	$\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ (36,2)
Otras fases cristalinas (% en peso)	Cuarzo α (17,5), Li_3PO_4 (6,3)	Cuarzo α , Li_3PO_4	Cuarzo α (0,2), Li_3PO_4 (6,8)	Cuarzo α (4,4), Li_3PO_4 (6,0)	Cuarzo α (20,7), Li_3PO_4 (5,4)
$\sigma_{\text{Biax}} / \text{MPa}$	464			376	
Valor CR	71,83			71,45	71,21
L^*	94,15			89,46	93,90
a^*	-0,45			0,48	-0,40
b^*	3,44			13,22	3,92
CET / 10^{-6}K^{-1} (100-500 $^\circ\text{C}$)					
Ejemplo n.º	6	7	8	9	10
Composición	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso
SiO_2	72,3	72,6	70,1	73,0	75,6
Li_2O	12,0	11,7	11,3	11,4	10,2
K_2O	3,4	3,4	-	3,4	3,4
Rb_2O	-	-	6,5	-	-
MgO	4,4	4,4	4,2	4,4	4,3
CaO	-	-	-	-	-
SrO	-	-	-	-	-
Al_2O_3	2,8	2,8	2,2	2,8	2,7
Ga_2O_3	-	-	-	-	-
Er_2O_3	0,1	0,1	0,1	0,1	-
CeO_2	0,8	0,8	0,7	0,6	-
V_2O_5	0,1	0,1	0,1	0,1	-
P_2O_5	3,9	3,8	4,5	3,8	3,8
F^-	-	-	-	-	-

ES 3 023 485 T3

Tb ₄ O ₇	0,3	0,3	0,3	0,4	-
T _g / °C	469	473	472	470	480
T _F / °C, t _F / min	1.500, 120	1.500, 120	1.500, 120	1.500, 120	1.500, 120
T _N / °C, t _N / min	480, 60	520, 10	480, 120	470, 10	500, 30
T _C / °C, t _C / min	800, 30	820, 10	800, 10	780, 30	800, 30
Fase cristalina principal (% en peso)	Li ₂ Si ₂ O ₅ (42,7)	Li ₂ Si ₂ O ₅ (39,0)	Li ₂ Si ₂ O ₅ (30,0)	Li ₂ Si ₂ O ₅ (38,4)	Li ₂ Si ₂ O ₅ (32,7)
Otras fases cristalinas (% en peso)	Cuarzo α (10.2), Li ₃ PO ₄ (6,0)	Cuarzo α (12.1), Li ₃ PO ₄ (6,0)	Cuarzo α (7.1), Li ₃ PO ₄ (7,1)	Cuarzo α (14,8), Li ₃ PO ₄ (5,6)	Cuarzo α (24.2), Li ₃ PO ₄ (6,3)
σ _{Biax} / MPa	371	395	456	326	347
Valor CR	69,27	68,94	77,14	68,63	71,28
L*	89,78	89,68	90,06	90,29	94,07
a*	0,34	0,18	-0,13	0,85	-0,46
b*	13,65	13,9	9,07	11,17	3,46
CET / 10 ⁻⁶ K ⁻¹ (100-500 °C)	10,8	11,3		11,5	
Ejemplo n.º	11	12	13	14	15
Composición	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso
SiO ₂	72,9	72,2	70,2	72,4	70,4
Li ₂ O	11,3	11,6	12,5	10,9	12,1
K ₂ O	2,1	3,4	3,3	3,4	3,1
Rb ₂ O	-	-	-	-	-
MgO	1,8	4,4	1,6	4,3	3,4
CaO	1,8	-	2,3	-	-
SrO	3,3	-	-	-	-
Al ₂ O ₃	2,7	4,6	4,0	3,9	3,6
Ga ₂ O ₃	-	-	-	-	2,5
Er ₂ O ₃	-	-	0,2	0,2	0,1
CeO ₂	-	-	1,2	0,6	0,9
V ₂ O ₅	-	-	0,1	0,1	0,1

P ₂ O ₅	3,8	3,8	4,3	3,8	3,5
F ⁻	0,3	-	-	-	-
Tb ₄ O ₇	-	-	0,3	0,4	0,3
T _g / °C	453	477	464	472	462
T _F / °C, t _F / min	1.500, 120	1.500, 120	1.500, 120	1.500, 120	1.500, 120
T _N / °C, t _N / min	460, 90	500, 30	500, 10	480, 40	540, 10
T _C / °C, t _C / min	800, 40	800, 30	800, 60	770, 60	790, 30
Fase cristalina principal (% en peso)	Li ₂ Si ₂ O ₅ (45,0)	Li ₂ Si ₂ O ₅ (38,7)	Li ₂ Si ₂ O ₅ (38,1)	Li ₂ Si ₂ O ₅ (34,4)	Li ₂ Si ₂ O ₅ (39,0)
Otras fases cristalinas (% en peso)	Cuarzo α (19,3), Li ₃ PO ₄ (2,8), Ca ₂ Sr ₃ (PO ₄) ₃ F (5,5)	Cuarzo α (13,4), Li ₃ PO ₄ (5,4)	Cuarzo α (9,4), Li ₃ PO ₄ (6,3)	Cuarzo α (17,4), Li ₃ PO ₄ (5,2)	Cuarzo α (9,9), Li ₃ PO ₄ (5,4)
σ _{Biax} / MPa	397		350	377	285
Valor CR	70,06		64,56	69,01	70,84
L*	89,22		85,82	90,67	86,98
a*	0,50		2,6	1,95	1,80
b*	5,87		19,74	8,96	19,10
CET / 10 ⁻⁶ K ⁻¹ (100-500 °C)			10,6	10,8	
Ejemplo n.º	16	17	18	19	20
Composición	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso
SiO ₂	69,2	71,5	71,0	74,7	70,0
Li ₂ O	11,5	10,5	10,0	9,8	10,5
K ₂ O	3,2	3,3	3,3	3,3	3,2
Cs ₂ O	-	-	-	-	-
Rb ₂ O	-	-	-	-	-
MgO	3,1	3,5	3,8	4,3	3,8
CaO	-	-	-	-	-
SrO	-	-	-	-	-
ZnO	-	-	-	-	-
Al ₂ O ₃	3,1	2,8	3,0	2,9	3,8

Ga ₂ O ₃	-	-	-	-	-
La ₂ O ₃	-	-	3,4	-	-
Y ₂ O ₃	-	2,9	-	-	-
In ₂ O ₃	4,7	-	-	-	-
Er ₂ O ₃	0,2	0,1	0,1	0,1	0,2
ZrO ₂	-	-	-	-	-
SnO ₂	-	-	-	-	-
CeO ₂	1,0	0,6	1,2	0,8	0,5
MnO ₂	-	-	-	-	-
V ₂ O ₅	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Ta ₂ O ₅	-	-	-	-	3,8
P ₂ O ₅	3,5	4,3	3,7	3,6	3,7
F ⁻	-	-	-	-	-
Tb ₄ O ₇	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4
T _g / °C	483	477	478	467	482
T _F / °C, t _F / min	1.500, 120	1.500, 120	1.500, 120	1.500, 120	1.500, 120
T _N / °C, t _N / min	550, 30	480, 10	500, 40	470, 60	500, 20
T _C / °C, t _C / min	770, 20	760, 10	760, 20	750, 30	760, 30
T _{Prs} / °C, t _{Prs} / °C				870, 25	
Fase cristalina principal (% en peso)	Li ₂ Si ₂ O ₅ (32,4)	Li ₂ Si ₂ O ₅ (27,0)	Li ₂ Si ₂ O ₅ (27,3)	Li ₂ Si ₂ O ₅ (28,8)	Li ₂ Si ₂ O ₅ (29,1)
Otras fases cristalinas (% en peso)	Cuarzo α (9,8), Li ₃ PO ₄ (4,9)	Cuarzo α (19,9), Li ₃ PO ₄ (6,0)	Cuarzo α (18,6), Li ₃ PO ₄ (5,1)	Cuarzo α (24,3), Li ₃ PO ₄ (3,8)	Cuarzo α (14,8), Li ₃ PO ₄ (4,4)
σ _{Biax} / MPa	299	290	320		367
Valor CR	57,60	56,69	46,84	64,29	63,10
L*	85,77	90,49	84,38	90,6	89,91
a*	0,16	-0,50	0,05	0,38	1,70
b*	19,18	9,68	26,72	12,76	9,43
CET / 10 ⁻⁶ K ⁻¹ (100-500 °C)				12,8	

ES 3 023 485 T3

Ejemplo n.º	21	22	23	24	25
Composición	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso
SiO ₂	72,9	68,8	69,5	73,2	73,7
Li ₂ O	12,5	11,4	11,5	11,7	11,5
K ₂ O	3,5	3,3	3,3	0,8	3,3
Cs ₂ O	-	-	-	1,3	-
Rb ₂ O	-	-	-	1,3	-
MgO	4,4	3,2	1,1	2,9	-
CaO	-	-	1,5	-	-
SrO	-	-	2,4	-	3,6
ZnO	-	-	1,8	-	-
Al ₂ O ₃	2,8	3,2	2,7	2,7	2,5
Ga ₂ O ₃	-	-	-	-	-
La ₂ O ₃	-	-	-	-	-
Y ₂ O ₃	-	-	-	-	-
In ₂ O ₃	-	-	-	-	-
Er ₂ O ₃	-	0,2	0,2	0,1	0,1
ZrO ₂	-	2,1	-	-	-
SnO ₂	-	2,6	-	-	-
CeO ₂	-	1,1	1,8	1,5	1,5
MnO ₂	-	-	-	0,1	-
V ₂ O ₅	-	0,1	0,2	0,2	0,1
Ta ₂ O ₅	-	-	-	-	-
P ₂ O ₅	3,9	3,6	3,7	3,8	3,3
F ⁻	-	-	-	-	-
Tb ₄ O ₇	-	0,4	0,3	0,4	0,4
T _g / °C	473	483	461	467	472
T _F / °C, t _F / min	1.500, 120	1.500, 120	1.500, 120	1.500, 120	1.500, 120
T _N / °C, t _N / min	500, 30	490,30	480, 30	500, 20	500, 70
T _C / °C, t _C / min	800, 30	770, 40	800, 10	820, 30	830,40

ES 3 023 485 T3

T _{Prs} / °C, t _{Prs} / °C					
Fase cristalina principal (% en peso)	Li ₂ Si ₂ O ₅ (48,0)	Li ₂ Si ₂ O ₅	Li ₂ Si ₂ O ₅	Li ₂ Si ₂ O ₅	Li ₂ Si ₂ O ₅ (37,3)
Otras fases cristalinas (% en peso)	Cuarzo α (6,5), Li ₃ PO ₄ (6,6)	Cuarzo α, Li ₃ PO ₄	Cuarzo α, Li ₃ PO ₄	Cuarzo α, Li ₃ PO ₄	Cuarzo α (14,7), Li ₃ PO ₄ (2,1)
σ _{Biax} / MPa			487		
Valor CR	74,98		53,15		
L*	94,16		79,74		
a*	-0,62		3,58		
b*	3,40		34,15		
CET / 10 ⁻⁶ K ⁻¹ (100-500 °C)					
Ejemplo n.º	26	27	28	29	
Composición	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso	
SiO ₂	73,0	74,8	68,9	75,8	
Li ₂ O	11,7	13,3	12,2	10,5	
K ₂ O	3,4	3,6	3,3	3,4	
Cs ₂ O	-	-	-	-	
Rb ₂ O	-	-	-	-	
MgO	4,4	1,7	1,4	3,6	
CaO	-	2,4	2,1	-	
SrO	-	-	-	-	
ZnO	-	-	-	-	
Al ₂ O ₃	3,7	4,2	3,9	2,9	
Ga ₂ O ₃	-	-	-	-	
La ₂ O ₃	-	-	-	-	
Y ₂ O ₃	-	-	-	-	
In ₂ O ₃	-	-	-	-	
Er ₂ O ₃	-	-	-	-	
ZrO ₂	-	-	-	-	

ES 3 023 485 T3

SnO ₂	-	-	-	-	
CeO ₂	-	-	-	-	
MnO ₂	-	-	-	-	
V ₂ O ₅	-	-	-	-	
Ta ₂ O ₅	-	-	-	-	
P ₂ O ₅	3,8	-	8,2	3,8	
F ⁻	-	-	-	-	
Tb ₄ O ₇	-	-	-	-	
T _g / °C		457	471	469	
T _F / °C, t _F / min	1.500, 120	1.500, 180	1.500, 150	1.500, 120	
T _N / °C, t _N / min	500, 30	-	490, 10	500, 30	
T _C / °C, t _C / min	800, 30	780, 10	800, 30	880, 1	
T _{Prs} / °C, t _{Prs} / °C					
Fase cristalina principal (% en peso)	Li ₂ Si ₂ O ₅ (45,0)	Li ₂ SiO ₃	Li ₂ Si ₂ O ₅	Li ₂ Si ₂ O ₅	
Otras fases cristalinas (% en peso)	Cuarzo α (12,8), Li ₃ PO ₄ (6,0)	Cuarzo α, Li ₂ Si ₂ O ₅ , Li ₃ PO ₄	Cuarzo α, Li ₃ PO ₄	Cuarzo α, Li ₃ PO ₄	
σ _{Biax} / MPa			320		
Valor CR			67,66	76,6	
L*			91,17	94	
a*			0,08	-0,21	
b*			4,69	2,55	
CET / 10 ⁻⁶ K ⁻¹ (100-500 °C)				12,3	
Ejemplo n.º	30	31	32	33	34
Composición	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso
SiO ₂	64,4	67,1	69,8	71,6	59,7
Li ₂ O	14,6	13,3	11,9	11,1	12,9
Na ₂ O	-	-	1,6	1,9	-
K ₂ O	3,3	3,3	-	-	3,2

ES 3 023 485 T3

Cs ₂ O	-	-	5,0	3,7	-
Rb ₂ O	-	-	-	-	-
MgO	-	-	3,9	3,2	0,2
CaO	-	-	-	-	-
SrO	-	-	-	-	-
ZnO	8,7	8,6	-	-	8,3
Al ₂ O ₃	2,7	2,7	2,7	2,7	2,6
Ga ₂ O ₃	-	-	-	-	-
La ₂ O ₃	-	-	-	-	-
Er ₂ O ₃	-	-	0,1	0,1	-
ZrO ₂	-	-	-	-	-
SnO ₂	-	-	-	-	-
CeO ₂	-	-	0,8	1,5	-
GeO ₂	-	-	-	-	8,9
MnO ₂	-	-	-	-	-
V ₂ O ₅	-	-	0,1	0,1	-
Ta ₂ O ₅	-	-	-	-	-
P ₂ O ₅	6,3	5,0	3,8	3,7	4,2
F ⁻	-	-	-	-	-
Tb ₄ O ₇	-	-	0,3	0,4	-
T _g / °C	455	459	458	463	
T _F / °C, t _F / min	1.500, 120	1.500, 120	1.500, 120	1.500, 120	1.400, 120
T _N / °C, t _N / min	500, 30	500, 30	500, 30	500, 30	500, 30
T _C / °C, t _C / min	840, 30	850, 30	800, 30	800, 30	820, 30
T _{Prs} / °C, t _{Prs} / °C					
Fase cristalina principal (% en peso)	Li ₂ Si ₂ O ₅	Li ₂ Si ₂ O ₅	Li ₂ Si ₂ O ₅	Li ₂ Si ₂ O ₅ (33,8)	Li ₂ Si ₂ O ₅
Otras fases cristalinas (% en peso)	Cuarzo α, Li ₃ PO ₄	Cuarzo α, Li ₃ PO ₄	Cuarzo α, Li ₃ PO ₄ , Cs _{0,809} AlSi ₅ O ₁₂	Cuarzo α, (15,6) Li ₃ PO ₄ , (5,8) Cs _{0,809} AlSi ₅ O ₁₂ (10,0)	Cuarzo α, Li ₃ PO ₄

ES 3 023 485 T3

$\sigma_{\text{Biax}} / \text{MPa}$	458	485	516	368	-
Valor CR	90,90	86,57	73,4	73,54	-
L*	95,87	95,52	90,36	82,05	-
a*	-0,24	-0,24	0,32	4,63	-
b*	0,84	0,66	11,49	26,02	-
CET / 10^{-6}K^{-1} (100-500 °C)					

REIVINDICACIONES

1. Uso de una vitrocerámica de silicato de litio y cuarzo α , que contiene del 2,0 al 3,5 % en peso de K_2O y que contiene SiO_2 y Li_2O en una relación molar en el intervalo de 2,2 a 3,5 y que contiene silicato de litio como fase cristalina principal y cuarzo α como fase cristalina adicional, como material dental,

5 con excepción de la vitrocerámica de la siguiente composición

<u>Componente</u>	<u>% en peso</u>
SiO_2	65,7
Li_2O	13,3
CaO	4,0
MgO	2,9
K_2O	3,2
Al_2O_3	3,2
P_2O_5	7,7

10 que contiene disilicato de litio como fase cristalina principal y $CaMgSi_2O_6$, cuarzo α y Li_3PO_4 como fases cristalinas adicionales y que se produce de tal manera que un vidrio de partida se funde en un crisol de platino a 1.500 °C durante un tiempo de 120 minutos, se obtiene un vidrio fritado por vertido del vidrio de partida fundido en agua, el vidrio fritado se muele con un molino vibratorio y un molino vibratorio de óxido de circonio hasta un tamaño de partícula medio de <90 μm , con respecto al número de partículas, y el polvo de vidrio molido se prensa uniaxialmente para obtener un pequeño cilindro que se cristaliza y sinteriza en un horno a 840 °C durante 5 min.

2. Uso de una vitrocerámica de silicato de litio y cuarzo α , que contiene del 2,0 al 3,5 % en peso K_2O y que contiene SiO_2 y Li_2O en una relación molar en el intervalo de 2,2 a 3,5 y que contiene silicato de litio como fase cristalina principal y cuarzo α como fase cristalina adicional, como material dental,

15 en donde la vitrocerámica contiene

del 68,0 al 79,0 % en peso de SiO_2

del 0 al 6,0 % en peso de P_2O_5 o

del 0 a 3,0 % en peso de CaO .

20 3. Uso según la reivindicación 1 o 2, en donde la vitrocerámica contiene del 59,0 al 79,0, preferentemente del 64,0 al 78,0 y con particular preferencia del 64,0 al 76,0 % en peso de SiO_2 , o del 68,0 al 79,0, preferentemente del 69,0 al 78,0 y con particular preferencia del 70,0 al 76,0 % en peso de SiO_2 .

4. Uso según una de las reivindicaciones 1 a 3, en donde la vitrocerámica contiene del 8,0 al 15,0, preferentemente del 9,0 al 14,0 y con particular preferencia del 10,0 al 13,5 % en peso de Li_2O .

25 5. Uso según una de las reivindicaciones 1 a 4, en donde la vitrocerámica contiene del 0 al 9,0, preferentemente del 2,0 al 6,0 y con particular preferencia del 3,0 al 5,0 % en peso de P_2O_5 .

6. Uso según una de las reivindicaciones 1 a 5, en donde la vitrocerámica contiene del 2,0 al 8,0 y preferiblemente del 2,0 al 7,0 % en peso de óxidos de elementos monovalentes Me^I_2O seleccionados del grupo formado por K_2O , Na_2O , Rb_2O , Cs_2O y mezclas de los mismos.

30 7. Uso según una de las reivindicaciones 1 a 6, en donde la vitrocerámica contiene del 1,0 al 9,0, preferentemente del 2,0 al 8,0 y con particular preferencia del 3,0 al 7,0 % en peso de óxidos de elementos divalentes $Me^{II}O$ seleccionados del grupo formado por CaO , MgO , SrO , ZnO y mezclas de los mismos.

8. Uso según una de las reivindicaciones 1 a 7, en donde la vitrocerámica contiene del 1,0 al 6,0, particularmente del 1,5 al 6,0, preferentemente del 2,0 al 5,5, con particular preferencia del 3,1 al 5,5 y con muy particular preferencia del 3,4 al 5,0 % en peso de MgO .

35 9. Uso según una de las reivindicaciones 1 a 8, en donde la vitrocerámica contiene del 0 al 8,0, preferentemente del 1,0 al 7,0 y con particular preferencia del 2,0 al 6,5 % en peso de óxidos de elementos trivalentes

$Me^{III}_2O_3$ seleccionados del grupo formado por Al_2O_3 , B_2O_3 , Y_2O_3 , La_2O_3 , Ga_2O_3 , In_2O_3 y mezclas de los mismos.

10. Uso según una de las reivindicaciones 1 a 9, en donde la vitrocerámica contiene del 1,0 al 6,0 y preferentemente del 2,0 al 5,0 % en peso de Al_2O_3 .
- 5 11. Uso según una de las reivindicaciones 1 a 10, en donde la vitrocerámica contiene disilicato de litio o metasilicato de litio como fase cristalina principal y preferentemente disilicato de litio como fase cristalina principal.
12. Uso según una de las reivindicaciones 1 a 11, en donde la vitrocerámica presenta al menos el 20 % en peso, preferentemente del 25 al 55 % en peso y con particular preferencia del 30 al 55 % en peso de cristales de disilicato de litio.
- 10 13. Uso según una de las reivindicaciones 1 a 12, en donde la vitrocerámica presenta del 0,2 al 28 % en peso y preferentemente del 0,2 al 25 % en peso de cristales de cuarzo α .
14. Uso de un vidrio de partida, que contiene los componentes de la vitrocerámica según una de las reivindicaciones 1 a 10 y núcleos para la cristalización de metasilicato de litio, disilicato de litio y cuarzo α , como material dental.
15. Uso según una de las reivindicaciones 1 a 14, en donde la vitrocerámica y el vidrio de partida están en forma de polvo, granulado, pieza bruta o restauración dental.
- 15 16. Uso según una de las reivindicaciones 1 a 15 para el revestimiento de restauraciones dentales y con particular preferencia para la producción de restauraciones dentales.
17. Uso para la producción de restauraciones dentales según la reivindicación 16, en donde a la vitrocerámica se le da la forma de la restauración dental deseada, en particular un puente, inlay, onlay, carilla, pilar, corona parcial, corona o funda, mediante prensado o mecanizado.
- 20 18. Procedimiento para la producción de una restauración dental, en particular un puente, inlay, onlay, carilla, pilar, corona parcial, corona o funda, en donde a la vitrocerámica según una de las reivindicaciones 1 a 13 se le da la forma de la restauración dental deseada mediante prensado o mecanizado, en particular en el contexto de un procedimiento CAD/CAM.
- 25 19. Procedimiento para la producción de vitrocerámica de silicato de litio y cuarzo α , que contiene del 2,0 al 3,5 % en peso de K_2O , y que contiene SiO_2 y Li_2O en una relación molar en el intervalo de 2,2 a 3,5 y que contiene silicato de litio como fase cristalina principal y cuarzo α como fase cristalina adicional, en donde
 - (a) un vidrio de partida que contiene los componentes de la vitrocerámica se somete a un tratamiento térmico a una temperatura de 400 a 600 °C durante 5 a 120 min para formar vidrio de partida con núcleos, y
 - (b) el vidrio de partida con núcleos se somete a un tratamiento térmico a una temperatura de 700 a 900 °C durante 5 a 120 minutos para formar la vitrocerámica de silicato de litio y cuarzo α .
- 30