

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES  
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges  
Eigentum

Internationales Büro

(43) Internationales  
Veröffentlichungsdatum

14. November 2013 (14.11.2013)



WIPO | PCT



(10) Internationale Veröffentlichungsnummer

WO 2013/167723 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:

C03C 3/083 (2006.01) C03C 4/00 (2006.01)  
C03C 3/085 (2006.01) A61C 13/00 (2006.01)  
C03C 3/095 (2006.01) A61K 6/027 (2006.01)  
C03C 3/097 (2006.01) C03B 32/02 (2006.01)  
C03C 10/00 (2006.01) C04B 35/16 (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2013/059700

(22) Internationales Anmeldedatum:  
10. Mai 2013 (10.05.2013)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:  
12167760.3 11. Mai 2012 (11.05.2012) EP

(71) Anmelder: IVOCLAR VIVADENT AG [LI/LI];  
Bendererstr. 2, CH-9494 Schaan (LI).

(72) Erfinder: BÜRKE, Harald; Bardella 5a, A-6820 Frastanz  
(AT). RITZBERGER, Christian; Spitalstrasse 60, CH-  
9472 Grabs (CH). SCHWEIGER, Marcel; Güterstrasse  
16, CH-7000 Chur (CH). RHEINBERGER, Volker;  
Mareestrasse 34, CH-9490 Vaduz (LI).

(74) Anwalt: UEXKÜLL & STOLBERG; Beselerstr. 4,  
22607 Hamburg (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für  
jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL,  
AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW,  
BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK,  
DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM,  
GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN,  
KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD,  
ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI,  
NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU,  
RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ,  
TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA,  
ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für  
jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW,  
GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ,  
TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ,  
RU, TJ, TM), europäisches (AL, AT, BE, BG, CH, CY,  
CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT,  
LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE,  
SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA,  
GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht (Artikel 21 Absatz  
3)

(54) Title: PRE-SINTERED BLANK FOR DENTAL PURPOSES

(54) Bezeichnung : VORGESINTERTER ROHLING FÜR DENTALE ZWECKE

(57) Abstract: Disclosed are pre-sintered blanks on the basis of a lithium disilicate glass-ceramic which are particularly suitable for  
the production of dental restorations.

(57) Zusammenfassung: Es werden vorgesinterter Rohlinge auf Basis von Lithiumdisilikat-Glaskeramik beschrieben, die sich  
insbesondere zu Herstellung von Dentalrestorationen eignen.

WO 2013/167723 A1

### **Vorgesinterter Rohling für dentale Zwecke**

Die Erfindung betrifft einen vorgesinterten Rohling für dentale Zwecke auf Basis von Lithiumdisilikat-Glaskeramik, der sich  
5 insbesondere für die Herstellung von Dentalrestorationen eignet.

Über die Verwendung von vorgesinterten Rohlingen in der Dentaltechnik ist bereits im Stand der Technik berichtet worden.

10 Die WO 2010/010087 beschreibt poröse silikatkeramische Formkörper, die zu Verblendschalen für Dentaltechnik verarbeitet werden. Die Formkörper sollen dabei eine bestimmte Dichte haben, um Beschädigungen bei der Bearbeitung mit Fräs- oder Schleifsystemen z.B. durch Ausbrüche von Material zu verhindern  
15 und für das ausgewählte System geeignet zu sein.

Die US 5,106,303 beschreibt die Herstellung von Zahnkronen und Inlays durch Kopierschleifen von kompaktierten keramischen Körpern, die gegebenenfalls vorgesintert sein können. Zur

Erzielung der gewünschten Geometrie werden die Körper auf eine vergrößerte Form geschliffen, um die Schwindung zu berücksichtigen, die bei der anschließenden Sinterung zu der angestrebten hohen Dichte auftritt. Als keramisches Material wird  
5 insbesondere Aluminiumoxid benutzt, welches gegebenenfalls verstärkende Zusätze aufweisen kann.

Die US 5,775,912 beschreibt vorgesinterte Pellets aus Dentalporzellan, aus denen mittels CAD/CAM-Systemen eine  
10 Zahnstruktur geschliffen wird. Diese Zahnstruktur wird in Einbettmaterial eingebettet, gesintert und von dem Einbettmaterial befreit, um die gewünschte Dentalrestauration zu ergeben. Bei den eingesetzten Dentalporzellanen handelt es sich um Glaskeramiken auf Basis von Leucit.

15

Die US 6,354,836 offenbart Verfahren zur Herstellung von dentalen Restaurationen unter Verwendung von CAD/CAM-Methoden. Es werden dafür ungesinterte oder vorgesinterte Blöcke aus keramischem Material und insbesondere Aluminiumoxid und Zirkoniumoxid  
20 eingesetzt, die nach Schleifen auf eine vergrößerte Form und anschließendes Dichtsintern zu hochfesten Dentalrestaurationen führen. Dabei wird es allerdings als wesentlich erachtet, dass die Temperaturunterschiede im eingesetzten Sinterofen kleiner als 10°C sind, um für geringe Schwankungen bei den schließlich  
25 erzielten Abmessungen der Restaurationen zu sorgen.

Bei den bekannten vorgesinterten Rohlingen ist die beim Dichtsintern auftretende Schwindung und damit der jeweils anzuwendende Vergrößerungsfaktor in hohem Maße von der  
30 angewendeten Vorsintertemperatur abhängig. Bereits kleine Abweichungen, wie sie infolge einer inhomogenen Temperaturverteilung im Sinterofen auftreten können, führen zu unterschiedlichen Schwindungen beim Dichtsintern. Diese Schwankungen erlauben jedoch nicht die angestrebten geringen  
35 Toleranzen bei den Abmessungen der erzeugten Dentalrestauration.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, vorgesinterte Rohlinge zur Verfügung zu stellen, die diese Nachteile vermeiden

und daher gegenüber Schwankungen bei der zu ihrer Herstellung angewendeten Sintertemperatur weniger empfindlich sind. Gleichfalls sollen diese Rohlinge einfach mittels üblicher Schleif- und Fräsverfahren zu Dentalrestorationen mit der gewünschten Geometrie geformt werden können, ohne dass bei diesen Verfahren die Zufuhr von Flüssigkeit erforderlich wäre. Weiter sollen diese Rohlinge durch Dichtsintern zu hochfesten und optisch sehr ansprechenden Dentalrestorationen verarbeitbar sein.

Diese Aufgabe wird durch den vorgesinterten Rohling nach den Ansprüchen 1 bis 9 gelöst. Gegenstand der Erfindung ist ebenfalls das Verfahren zur Herstellung des Rohlings nach Anspruch 10 und 11, das Verfahren zur Herstellung von Dentalrestorationen nach den Ansprüchen 12 bis 15 sowie die Verwendung des Rohlings nach Anspruch 16.

Der erfindungsgemäße vorgesinterte Rohling für dentale Zwecke zeichnet sich dadurch aus, dass er

auf Basis von Lithiumdisilikat-Glaskeramik ist und

eine relative Dichte von 60 bis 90%, insbesondere 62 bis 88% und bevorzugt 65 bis 87 %, bezogen auf die Reindichte der Glaskeramik, aufweist.

Die relative Dichte ist dabei das Verhältnis von der Dichte des vorgesinterten Rohlings zur Reindichte der Glaskeramik.

Die Dichte des vorgesinterten Rohlings wird bestimmt, indem dieser gewogen und sein Volumen geometrisch ermittelt wird. Die Dichte wird dann nach der bekannten Formel

$$\text{Dichte} = \text{Masse} / \text{Volumen}$$

berechnet.

Die Bestimmung der Reindichte der Glaskeramik erfolgt, indem der vorgesinterte Rohling auf ein Pulver mit einer mittleren Teilchengröße von 10 bis 30 µm, insbesondere von 20 µm, bezogen auf die Anzahl der Teilchen, gemahlen und die Dichte des Pulvers  
5 mittels Pyknometer ermittelt wird. Die Bestimmung der Teilchengröße wurde mit dem CILAS® Particle Size Analyzer 1064 der Firma Quantachrome GmbH & Co. KG mittels Laserbeugung nach ISO 13320 (2009) durchgeführt.

10 Es hat sich überraschenderweise herausgestellt, dass der erfindungsgemäße Rohling nicht nur in einfacher Weise maschinell trocken bearbeitet werden kann, sondern auch bei sich signifikant unterscheidenden Vorsintertemperaturen hergestellt werden kann, ohne dass dies zu einer wesentlichen Veränderung der Schwindung  
15 führen würde, die bei einem anschließenden Dichtsintern auftritt. Damit kann der die auftretende Schwindung berücksichtigende Vergrößerungsfaktor sehr genau bestimmt werden. Diese vorteilhaften Eigenschaften sind offenbar auf das besondere Verhalten von Lithiumdisilikat-Glaskeramik zurückzuführen, welche  
20 auf die oben angegebenen relativen Dichten vorgesintert wurde.

Es ist weiter bevorzugt, dass der Rohling im Wesentlichen aus der Lithiumdisilikat-Glaskeramik besteht. Besonders bevorzugt besteht der Rohling aus der Lithiumdisilikat-Glaskeramik.

25

Die Glaskeramik weist in einer bevorzugten Ausführungsform Lithiumdisilikat als Hauptkristallphase auf. Dabei bezeichnet der Begriff „Hauptkristallphase“ die Kristallphase, die gegenüber anderen Kristallphasen den höchsten Volumenanteil hat.  
30 Insbesondere enthält die Glaskeramik mehr als 10 Vol.-%, bevorzugt mehr als 20 Vol.-% und besonders bevorzugt mehr als 30 Vol.-% an Lithiumdisilikat-Kristallen, bezogen auf die gesamte Glaskeramik.

35 Die Lithiumdisilikat-Glaskeramik enthält  $\text{SiO}_2$  und  $\text{Li}_2\text{O}$  vorzugsweise in einem Molverhältnis im Bereich von 1,75 bis 3,0, insbesondere 1,8 bis 2,6.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform enthält die Lithiumdisilikat-Glaskeramik mindestens eine der folgenden Komponenten:

5	<u>Komponente</u>	<u>Gew.-%</u>
	SiO <sub>2</sub>	50,0 bis 80,0
	Li <sub>2</sub> O	6,0 bis 20,0
	Me(I) <sub>2</sub> O	0 bis 10,0, insbesondere 0,1 bis 10,0
	Me(II)O	0 bis 12,0, insbesondere 0,1 bis 12,0
10	Me(III) <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0 bis 8,0, insbesondere 0,1 bis 8,0
	Me(IV)O <sub>2</sub>	0 bis 8,0, insbesondere 0,1 bis 8,0
	Me(V) <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0 bis 8,0, insbesondere 0,1 bis 8,0
	Me(VI)O <sub>3</sub>	0 bis 8,0, insbesondere 0,1 bis 8,0
	Keimbildner	0 bis 8,0, insbesondere 0,1 bis 8,0

15

wobei

Me(I)<sub>2</sub>O ausgewählt ist aus Na<sub>2</sub>O, K<sub>2</sub>O, Rb<sub>2</sub>O, Cs<sub>2</sub>O oder Mischungen davon,

20

Me(II)O ausgewählt ist aus CaO, BaO, MgO, SrO, ZnO und Mischungen davon,

Me(III)<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ausgewählt ist aus Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> und Mischungen davon,

25

Me(IV)O<sub>2</sub> ausgewählt ist aus ZrO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>, SnO<sub>2</sub>, GeO<sub>2</sub> und Mischungen davon,

Me(V)<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ausgewählt ist aus Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> und Mischungen davon,

30

Me(VI)O<sub>3</sub> ausgewählt ist aus WO<sub>3</sub>, MoO<sub>3</sub> und Mischungen davon, und

35

Keimbildner ausgewählt ist aus P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, Metallen und Mischungen davon.

Als Oxide einwertiger Elemente  $\text{Me(I)}_2\text{O}$  sind  $\text{Na}_2\text{O}$  und  $\text{K}_2\text{O}$  bevorzugt.

5 Als Oxide zweiwertiger Elemente  $\text{Me(II)O}$  sind  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{SrO}$  und  $\text{ZnO}$  bevorzugt.

Als Oxide dreiwertiger Elemente  $\text{Me(III)}_2\text{O}_3$  sind  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{La}_2\text{O}_3$  und  $\text{Y}_2\text{O}_3$  bevorzugt.

10 Als Oxide vierwertiger Elemente  $\text{Me(IV)O}_2$  sind  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$  und  $\text{GeO}_2$  bevorzugt.

Als Oxide fünfwertiger Elemente  $\text{Me(V)}_2\text{O}_5$  sind  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  und  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  bevorzugt.

15 Als Oxide sechswertiger Elemente  $\text{Me(VI)O}_3$  sind  $\text{WO}_3$  und  $\text{MoO}_3$  bevorzugt.

Als Keimbildner ist  $\text{P}_2\text{O}_5$  bevorzugt.

20 Die Lithiumdisilikat-Glaskeramik enthält bevorzugt Färbemittel und/oder Fluoreszenzmitteln.

Beispiele für Färbemittel und Fluoreszenzmittel sind anorganische  
25 Pigmente und/oder Oxide von d- und f-Elementen, wie z.B. die Oxide von Ti, V, Sc, Mn, Fe, Co, Ta, W, Ce, Pr, Nd, Tb, Er, Dy, Gd, Eu und Yb. Als Färbemittel können auch Metallkolloide, z.B. von Ag, Au und Pd, verwendet werden, die zusätzlich auch als Keimbildner fungieren können. Diese Metallkolloide können z.B.  
30 durch Reduktion von entsprechenden Oxiden, Chloriden oder Nitraten während der Schmelz- und Kristallisationsprozesse gebildet werden. Als anorganische Pigmente werden beispielsweise dotierte Spinelle, Zirkonsilikat, Stannate, dotierter Korund und/oder dotiertes  $\text{ZrO}_2$  eingesetzt.

35 Der erfindungsgemäße Rohling weist vorzugsweise mindestens zwei Bereiche, insbesondere Schichten, auf, die sich durch ihre Färbung oder Transluzenz unterscheiden. Bevorzugt hat der Rohling

mindestens 3 und bis zu 10, besonders bevorzugt mindestens 3 und bis zu 8, und ganz besonders bevorzugt mindestens 4 und bis zu 6 sich in Färbung oder Transluzenz unterscheidende Bereiche, insbesondere Schichten. Gerade durch das Vorliegen von mehreren unterschiedlich gefärbten Bereichen, insbesondere Schichten, gelingt es sehr gut, natürliches Zahnmaterial zu imitieren. Es ist ebenfalls möglich, dass wenigstens einer der Bereiche oder der Schichten einen Farbgradienten aufweist, um einen stufenlosen Farbübergang zu gewährleisten.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform weist der erfindungsgemäße Rohling einen Halter für die Befestigung in einer Bearbeitungsvorrichtung auf. In einer anderen bevorzugten Ausführungsform hat der erfindungsgemäße Rohling eine Schnittstelle zur Verbindung mit einem Dentalimplantat.

Der Halter gestattet die Befestigung des Rohlings in einer Bearbeitungsvorrichtung, wie insbesondere einer Fräs- oder Schleifvorrichtung. Der Halter hat üblicherweise die Form eines Stifts und besteht vorzugsweise aus Metall oder Kunststoff.

Die Schnittstelle sorgt für eine Verbindung zwischen einem Implantat und der darauf aufgesetzten Dentalrestauration, wie insbesondere Abutmentkrone, die durch maschinelle Bearbeitung und Dichtsinterung des Rohlings erhalten worden ist. Diese Verbindung ist bevorzugt rotationsfest. Die Schnittstelle liegt insbesondere in Form einer Ausnehmung, wie einer Bohrung, vor. Die konkrete Geometrie der Schnittstelle wird dabei üblicherweise in Abhängigkeit von dem jeweils verwendeten Implantatsystem gewählt.

Die Erfindung betrifft ebenfalls ein Verfahren zur Herstellung des erfindungsgemäßen Rohlings, bei dem

(a) Lithiumsilikat-Glas in Pulver- oder Granulatform zu einem Glasrohling verpresst wird,



(b) der Glasrohling wärmebehandelt wird, um einen vorgesinterten Rohling auf Basis von Lithiumdisilikat-Glaskeramik herzustellen, wobei die Temperatur der Wärmebehandlung

5 (i) mindestens 500°C, insbesondere mindestens 540°C und bevorzugt mindestens 580°C beträgt, und

(ii) in einem Bereich liegt, der sich über mindestens 30K, insbesondere mindestens 50K und bevorzugt mindestens  
10 70K erstreckt und in dem die relative Dichte um weniger als 2.5 %, insbesondere weniger als 2.0 % und bevorzugt weniger als 1.5 % variiert.

In Stufe (a) wird Lithiumsilikat-Glas in Pulver- oder  
15 Granulatform zu einem Glasrohling verpresst.

Das dabei eingesetzte Lithiumsilikatglas wird üblicherweise hergestellt, indem eine Mischung von geeigneten Ausgangsmaterialien, wie z.B. Carbonaten, Oxiden, Phosphaten und  
20 Fluoriden, bei Temperaturen von insbesondere 1300 bis 1600°C für 2 bis 10 h erschmolzen wird. Zur Erzielung einer besonders hohen Homogenität wird die erhaltene Glasschmelze in Wasser gegossen, um ein Glasgranulat zu bilden, und das erhaltene Granulat wird dann erneut aufgeschmolzen.

25 Das Granulat wird dann auf die gewünschte Teilchengröße zerkleinert und insbesondere zu Pulver mit einer mittleren Teilchengröße von < 100 µm, bezogen auf die Anzahl der Teilchen, gemahlen.

30 Das Granulat oder Pulver wird dann, gegebenenfalls unter Zusatz von Presshilfsmitteln oder Bindemitteln, üblicherweise in eine Pressform gegeben und zu einem Glasrohling verpresst. Der dabei angewendete Druck liegt insbesondere im Bereich von 20 bis 200  
35 MPa. Für das Verpressen werden bevorzugt Uniaxial-Pressen eingesetzt. Das Verpressen kann insbesondere auch als isostatisches Pressen, bevorzugt als kalt-isostatisches Pressen durchgeführt werden.

Durch Verwendung von Glaspulvern oder -granulaten mit unterschiedlicher Färbung oder Transluzenz können Glasrohlinge erzeugt werden, die unterschiedlich gefärbte oder unterschiedlich transluzente Bereiche und insbesondere Schichten aufweisen. Beispielsweise können verschieden gefärbte Pulver oder Granulate in einer Pressform übereinander angeordnet werden, so dass ein mehrfarbiger Glasrohling erzeugt wird. Diese Mehrfarbigkeit gestattet es in hohem Maße, den schließlich hergestellten Dentalrestaurationen das Aussehen von natürlichem Zahnmaterial zu verleihen.

In Stufe (b) wird der erhaltene ein- oder mehrfarbige Glasrohling einer Wärmebehandlung unterzogen, um die gesteuerte Kristallisation von Lithiumdisilikat und damit die Bildung einer Lithiumdisilikat-Glaskeramik sowie die Vorsinterung herbeizuführen. Die Wärmebehandlung findet insbesondere bei einer Temperatur von 500°C bis 900°C, bevorzugt 540 bis 900°C und besonders bevorzugt 580 bis 900°C statt. Die Wärmebehandlung wird insbesondere für eine Dauer von 2 bis 120 min, bevorzugt 5 bis 60 min und besonders bevorzugt 10 bis 30 min, durchgeführt.

Der Temperaturbereich (b)(ii) beschreibt einen Bereich, in dem trotz Änderung der Temperatur sich die relative Dichte kaum ändert. Dieser Bereich wird daher im Folgenden auch als „Plateau“ bezeichnet. Die in diesem Bereich mögliche Variation der relativen Dichte errechnet sich in % aus dem Maximal- und Minimalwert der relativen Dichte in dem Bereich durch

$$\frac{(\text{Maximalwert} - \text{Minimalwert})}{\text{Maximalwert}} \times 100$$

Es hat sich überraschenderweise gezeigt, dass Lithiumdisilikat-Glaskeramiken bei ihrer Erzeugung und Vorsinterung in bestimmten Temperaturbereichen im Wesentlichen keine Veränderung der relativen Dichte und damit der linearen Schwindung und des Vergrößerungsfaktors beim Dichtsintern zeigen. Diese Bereiche sind bei der graphischen Darstellung von relativer Dichte,

linearer Schwindung oder Vergrößerungsfaktor gegen die Temperatur als „Plateaus“ erkennbar. Demgemäß sind für die Passgenauigkeit der späteren Dentalrestauration wichtige Eigenschaften des Rohlings in diesem Bereich im Wesentlichen unabhängig von der Temperatur. Daraus resultiert der für die Praxis wichtige Vorteil, dass der Rohling z.B. gegenüber Temperaturschwankungen oder Temperaturgradienten im Sinterofen eher unempfindlich ist, solange die Temperatur sich im Bereich des „Plateaus“ befindet.

Erfindungsgemäß sind daher besonders solche vorgesinterten Rohlinge bevorzugt, die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren erhältlich sind.

Besonders bevorzugt sind erfindungsgemäße Rohlinge, die eine relative Dichte aufweisen, die sich ergibt, wenn

(a) Pulver eines entsprechenden Ausgangsglases mit einer mittleren Teilchengröße von  $< 100 \mu\text{m}$ , bezogen auf die Anzahl der Teilchen, bei einem Druck von 20 bis 200 MPa, bevorzugt 40 bis 120 MPa und besonders bevorzugt 50 bis 100 MPa uniaxial oder isostatisch verpresst und

(b) der erhaltene Glasspulverpressling für 2 bis 120 min, bevorzugt 5 bis 60 min und besonders bevorzugt 10 bis 30 min bei einer Temperatur wärmebehandelt wird, die

(i) mindestens  $500^\circ\text{C}$ , insbesondere mindestens  $540^\circ\text{C}$  und bevorzugt mindestens  $580^\circ\text{C}$  beträgt, und

(ii) in einem Bereich liegt, der sich über mindestens 30K, insbesondere mindestens 50K und bevorzugt mindestens 70K erstreckt und in dem die relative Dichte um weniger als 2.5 %, insbesondere weniger als 2.0 % und bevorzugt weniger als 1.5 % variiert.

Figur 2 veranschaulicht die bei Wärmebehandlung von einem Glasspulverpressling üblicherweise durchlaufenen Phasen, indem für einen Pressling mit einer Zusammensetzung gemäß Beispiel 2 der

Vergrößerungsfaktor gegen die Temperatur aufgetragen ist. In der Phase I bis etwa 500°C erfolgen das Aufheizen und die Entfernung eventuell vorhandenen Bindemittels. In der Phase II von etwa 500 bis 600°C erfolgt Sintern und Kristallisation, und in Phase III, dem Plateau, von etwa 600 bis etwa 850°C liegt ein erfindungsgemäßer vorgesinteter Rohling auf Basis von Lithiumdisilikat-Glaskeramik vor. Anschließend erfolgt in Phase IV ab etwa 850 bis etwa 950°C die Dichtsinterung des Rohlings.

10 Der erfindungsgemäße vorgesinterte Rohling liegt vorzugsweise in Form von Blöcken, Scheiben oder Zylindern vor. In diesen Formen ist eine Weiterverarbeitung zu den gewünschten Dentalrestorationen besonders einfach.

15 Der vorgesinterte Rohling wird insbesondere zu Dentalrestorationen weiterverarbeitet. Die Erfindung betrifft daher auch ein Verfahren zur Herstellung von Dentalrestorationen, bei dem

20 (i) der erfindungsgemäße vorgesinterte Rohling auf Basis von Lithiumdisilikat-Glaskeramik durch maschinelle Bearbeitung zu einer Vorstufe der Dentalrestauration geformt wird,

(ii) die Vorstufe im Wesentlichen dichtgesintert wird, um die Dentalrestauration zu ergeben, und

(iii) gegebenenfalls die Oberfläche der Dentalrestauration endbehandelt wird.

30 In Stufe (i) erfolgt die maschinelle Bearbeitung üblicherweise durch materialabtragende Verfahren und insbesondere durch Fräsen und/oder Schleifen. Es ist bevorzugt, dass die maschinelle Bearbeitung mit computer-gesteuerten Fräs- und/oder Schleifvorrichtungen erfolgt. Besonders bevorzugt erfolgt die maschinelle Bearbeitung im Rahmen eines CAD/CAM-Verfahrens.

Der erfindungsgemäße Rohling kann insbesondere aufgrund seiner Offenporigkeit und geringen Festigkeit sehr einfach maschinell

bearbeitet werden. Dabei ist es von besonderem Vorteil, dass der Einsatz von Flüssigkeiten während des Schleifens oder Fräsens nicht erforderlich ist. Bei konventionellen Rohlingen sind hingegen häufig sogenannte Nass-Schleifverfahren nötig.

5

Die maschinelle Bearbeitung wird regelmäßig so durchgeführt, dass die erhaltene Vorstufe eine vergrößerte Form der gewünschten Dentalrestauration darstellt. Dadurch wird die beim anschließenden Dichtsintern auftretende Schwindung  
10 berücksichtigt. Der erfindungsgemäße Rohling weist dabei den besonderen Vorteil auf, dass der bei ihm anzuwendende Vergrößerungsfaktor sehr genau bestimmt werden kann. Der Vergrößerungsfaktor ist der Faktor, um den die Vorstufe vergrößert aus dem vorgesinterten Rohling geschliffen oder  
15 gefräst werden muss, damit nach dem Dichtsintern die erhaltene Dentalrestauration die gewünschten Abmessungen hat.

Der Vergrößerungsfaktor  $F_v$ , die relative Dichte  $\rho_r$  und die verbleibende lineare Schwindung  $S$  können wie folgt ineinander  
20 umgerechnet werden:

$$S = 1 - \rho_r^{1/3}$$

$$F_v = 1 / (1-S)$$

25

In einer bevorzugten Ausführungsform wird als vorgesintertter Rohling der nach dem oben beschriebenen erfindungsgemäßen Verfahren erzeugte Rohling eingesetzt.

30 In der Stufe (ii) wird die erhaltene Vorstufe im Wesentlichen dichtgesintert, um die Dentalrestauration mit der gewünschten Geometrie zu erzeugen.

Zum Dichtsintern wird die Vorstufe bevorzugt bei einer Temperatur  
35 von 700°C bis 1000°C wärmebehandelt. Die Wärmebehandlung erfolgt üblicherweise für eine Dauer von 2 bis 30 min.

Es liegt nach dem Dichtsintern eine Dentalrestauration auf Basis von Lithiumdisilikat-Glaskeramik vor, in der Lithiumdisilikat bevorzugt die Hauptkristallphase bildet. Diese Lithiumdisilikat-Glaskeramik verfügt über ausgezeichnete optische und mechanische Eigenschaften sowie eine hohe chemische Stabilität. Somit können mit dem erfindungsgemäßen Verfahren Dentalrestaurationen hergestellt werden, die hohen Anforderungen gerecht werden.

Die Dentalrestaurationen sind bevorzugt ausgewählt aus Kronen, Abutments, Abutmentkronen, Inlays, Onlays, Veneers, Schalen und Brücken sowie Überwürfen für mehrteilige Restaurationsgerüste, die z.B. aus Oxidkeramik, Metallen oder Dentallegierungen bestehen können.

Für das Dichtsintern kann es vorteilhaft sein, dass die Vorstufe der Dentalrestauration abgestützt wird, um einen Verzug zu vermeiden. Es ist bevorzugt, dass die Abstützung aus dem gleichen Material wie die Vorstufe besteht und damit den gleichen Sinterschrumpf aufweist. Die Abstützung kann z.B. in Form einer Stützkonstruktion oder Stützform vorliegen, die von ihrer Geometrie an die Vorstufe angepasst ist.

In der optionalen Stufe (iii) kann die Oberfläche der Dentalrestauration noch endbehandelt werden. Dabei ist es insbesondere möglich, noch einen Glanzbrand bei einer Temperatur von 650°C bis 900°C durchzuführen oder die Restauration zu polieren.

Aufgrund der geschilderten Eigenschaften des erfindungsgemäßen vorgesinterten Rohlings eignet er sich insbesondere zur Erzeugung von Dentalrestaurationen. Die Erfindung betrifft daher auch die Verwendung des Rohlings zur Herstellung von Dentalrestaurationen und insbesondere von Kronen, Abutments, Abutmentkronen, Inlays, Onlays, Veneers, Schalen und Brücken sowie Überwürfen.

Die angegebenen mittleren Teilchengrößen, bezogen auf die Anzahl der Teilchen, wurden durch Laserbeugung mit dem CILAS® Particle

Size Analyzer 1064 der Firma Quantachrome GmbH & Co. KG nach ISO 13320 (2009) bei Raumtemperatur bestimmt.

5 Die Erfindung wird im Folgenden anhand von Beispielen näher erläutert.

### **Beispiele**

#### Beispiele 1 bis 4

10

Es wurden insgesamt 4 Glaskeramiken mit Lithiumdisilikat als Hauptkristallphase mit der in Tabelle I angegebenen Zusammensetzung hergestellt, indem entsprechende Ausgangsgläser 15 erschmolzen und anschließend daraus erzeugte verpresste Glaspulverrohlinge durch Wärmebehandlung vorgesintert und gesteuert kristallisiert wurden.

20 Dazu wurden zunächst die Ausgangsgläser im 100 bis 200 g Maßstab aus üblichen Rohstoffen bei 1400 bis 1500°C erschmolzen, wobei das Erschmelzen sehr gut ohne Bildung von Blasen oder Schlieren möglich war. Durch Eingießen der Ausgangsgläser in Wasser wurden Glasfritten hergestellt, die zur Homogenisierung anschließend ein zweites Mal bei 1450 bis 1550°C für 1 bis 3 h geschmolzen wurden.

25

Die erhaltenen Glasschmelzen wurden dann auf 1400°C abgekühlt und durch Eingießen in Wasser zu feinteiligen Granulaten umgewandelt. Die Granulate wurde getrocknet und zu Pulver mit einer mittleren Teilchengröße von < 100 µm, bezogen auf die Anzahl der Teilchen, 30 gemahlen. Diese Pulver wurden mit etwas Wasser befeuchtet und bei einem Pressdruck von 20 bis 200 MPa zu Pulverpresslingen verpreßt.

35 Die Pulverpresslinge wurden dann für 2 bis 120 min bei einer Temperatur wärmebehandelt, die in dem Bereich liegt, der in der Tabelle I für die jeweilige Zusammensetzung als Plateau angegeben ist. Nach dieser Wärmebehandlung lagen erfindungsgemäße Rohlinge

vor, die vorgesintert und auf Basis von Lithiumdisilikat-Glaskeramik waren.

5

Tabelle I

Beispiel	1	2	3	4
Komponente	Gew.-%	Gew.-%	Gew.-%	Gew.-%
SiO <sub>2</sub>	67.5	75.2	78.4	69.4
Li <sub>2</sub> O	14.9	15.6	16.3	19.7
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	4.3	-	3.3	3.4
K <sub>2</sub> O	4.2	-	-	-
MgO	0.7	-	-	-
SrO	-	4.1	-	-
ZnO	4.8	-	-	-
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	3.6	-	3.5
La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.0	-	-	-
Er <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	0.25	-	-
CeO <sub>2</sub>	2.0	1.0	-	-
SnO <sub>2</sub>	-	-	2.0	-
Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	-	-	-	-
V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.1	-	-	-
MoO <sub>3</sub>	-	-	-	4.0
Tb <sub>4</sub> O <sub>7</sub>	0.5	-	-	-
Hauptkristallphase	LS2	LS2	LS2	LS2
Plateau (°C)	600 - 800	590 - 860	600 - 900	600 - 900

LS2 Lithiumdisilikat

10

Beispiel 5 - Untersuchung des Sinterverhaltens der Zusammensetzung gemäß Beispiel 1

15

20

Es wurde ein Glas mit der Zusammensetzung gemäß Beispiel 1 erschmolzen und zu einem Glaspulver mit einer mittleren Teilchengröße von weniger als 50 µm, bezogen auf die Anzahl der Teilchen, gemahlen. Dieses Glaspulver wurde zu Zylindern verpresst. Das Sinterverhalten dieser zylindrischen Rohlinge wurde untersucht, indem sie bei verschiedenen Temperaturen in einem Ofen des Typs Programat® P500 von Ivoclar Vivadent AG wärmebehandelt wurden. Dabei wurde jeweils eine Aufheizrate von 20°C/min sowie eine Haltezeit von 2 min bei der jeweiligen



Temperatur benutzt. Danach wurden die Rohlinge auf Raumtemperatur abgekühlt, und es wurde dann jeweils die relative Dichte der Rohlinge in Bezug auf die Reindichte der Glaskeramik bestimmt. Aus der relativen Dichte wurden die verbleibende lineare  
5 Schwindung sowie der Vergrößerungsfaktor berechnet.

Die Ergebnisse für Temperaturen im Bereich von 25 bis 900°C sind in der folgenden Tabelle II dargestellt. Zwischen 600°C bis 800°C lag ein erfindungsgemäßer vorgesehener Rohling aus  
10 Lithiumdisilikat-Glaskeramik mit einer relativen Dichte von 69 bis 70 % vor.

Tabelle II

Temperatur [°C]	25	450	500	550	600	650	700	750	800	850	900
Durchmesser [mm]	16.10	16.09	16.07	15.47	14.55	14.59	14.61	14.56	14.48	13.39	13.12
Höhe [mm]	15.16	15.14	15.05	14.91	13.81	13.80	13.83	13.88	13.92	12.65	12.03
Volumen [cm <sup>3</sup> ]	3.09	3.08	3.05	2.80	2.30	2.31	2.32	2.31	2.29	1.78	1.63
Masse [g]	4.00	3.98	3.99	4.05	3.98	3.98	3.97	3.99	4.01	4.03	3.98
Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1.30	1.29	1.31	1.45	1.74	1.73	1.71	1.73	1.75	2.26	2.45
relative Dichte [%]	52	52	52	58	69	69	69	69	70	91	98
lineare Schwindung [%]	19.6	19.5	19.2	17.3	11.4	11.5	11.6	11.6	11.5	3.5	0.0
Vergrößerungs- faktor	1.24	1.24	1.24	1.21	1.13	1.13	1.13	1.13	1.13	1.04	1.00

15

Die graphische Darstellung des berechneten Vergrößerungsfaktors gegen die angewendete Temperatur ist in Figur 1 gezeigt. Es ist daraus ersichtlich, dass der Vergrößerungsfaktor  
20 überraschenderweise im Bereich von 600 bis 800°C im Wesentlichen konstant bleibt und die Kurve ein Plateau bildet. Somit ist bei der Anwendung einer Wärmbehandlung in diesem Bereich ein erfindungsgemäßer Rohling erzeugbar, für den eine sehr genaue Angabe des zu wählenden Vergrößerungsfaktors möglich ist.

25

In gleicher Weise wurde bei den anderen in Tabelle I genannten Zusammensetzungen verfahren, um jeweils diesen Bereich („Plateau“) zu bestimmen.

Beispiel 6 - Untersuchung des Sinterverhaltens der Zusammensetzung gemäß Beispiel 2

An der Zusammensetzung gemäß Beispiel 2 wurde analog Beispiel 5 das Sinterverhalten untersucht. Die erhaltenen Werte für die relative Dichte, die verbleibende lineare Schwindung und den Vergrößerungsfaktor sind in Tabelle III aufgeführt.

Tabelle III

Temperatur [°C]	30	450	500	550	600	650	700	750	800	850	900	950
Lineare Schwindung [%]	14.05	14.10	14.30	12.80	11.45	11.45	11.55	11.45	11.40	11.45	9.95	0.00
Vergrößerungsfaktor	1.163	1.164	1.167	1.147	1.129	1.129	1.131	1.129	1.129	1.129	1.110	1.000
Relative Dichte [%]	63	63	63	66	69	69	69	69	70	70	73	100

Der Vergrößerungsfaktor wurde gegen die Temperatur aufgetragen und die dabei erhaltene Kurve ist in Figur 2 gezeigt. Aus ihr ist ersichtlich, dass sich das Plateau für die untersuchte Lithiumdisilikat-Glaskeramik in einem Bereich von etwa 600 bis etwa 850°C befindet. In diesem Bereich liegt ein erfindungsgemäßer vorgesinterter Rohling aus Lithiumdisilikat-Glaskeramik mit einer relativen Dichte von 69 bis 70 % vor.

### Patentansprüche

1. Vorgesinterter Rohling für dentale Zwecke auf Basis von Lithiumdisilikat-Glaskeramik, wobei der Rohling eine relative Dichte von 60 bis 90%, insbesondere 62 bis 88% und bevorzugt 65 bis 87 %, bezogen auf die Reindichte der Glaskeramik aufweist.
2. Rohling nach Anspruch 1, der im Wesentlichen aus der Lithiumdisilikat-Glaskeramik besteht.
3. Rohling nach einem der Ansprüche 1 bis 2, wobei die Glaskeramik Lithiumdisilikat als Hauptkristallphase aufweist und insbesondere mehr als 10 Vol.-%, bevorzugt mehr als 20 Vol.-% und besonders bevorzugt mehr als 30 Vol.-% an Lithiumdisilikat-Kristallen enthält.
4. Rohling nach einem der Ansprüche 1 bis 3, wobei die Lithiumdisilikat-Glaskeramik mindestens eine der folgenden Komponenten enthält:

<u>Komponente</u>	<u>Gew.-%</u>
SiO <sub>2</sub>	50,0 bis 80,0
Li <sub>2</sub> O	6,0 bis 20,0
Me(I) <sub>2</sub> O	0 bis 10,0, insbesondere 0,1 bis 10,0
Me(II)O	0 bis 12,0, insbesondere 0,1 bis 12,0
Me(III) <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0 bis 8,0, insbesondere 0,1 bis 8,0
Me(IV)O <sub>2</sub>	0 bis 8,0, insbesondere 0,1 bis 8,0
Me(V) <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0 bis 8,0, insbesondere 0,1 bis 8,0
Me(VI)O <sub>3</sub>	0 bis 8,0, insbesondere 0,1 bis 8,0
Keimbildner	0 bis 8,0, insbesondere 0,1 bis 8,0,

wobei

Me(I)<sub>2</sub>O ausgewählt ist aus Na<sub>2</sub>O, K<sub>2</sub>O, Rb<sub>2</sub>O, Cs<sub>2</sub>O oder Mischungen davon,

Me(II)O ausgewählt ist aus CaO, BaO, MgO, SrO, ZnO und Mischungen davon,

Me(III)<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ausgewählt ist aus Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> und Mischungen davon,

Me(IV)O<sub>2</sub> ausgewählt ist aus ZrO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>, SnO<sub>2</sub>, GeO<sub>2</sub> und Mischungen davon,

Me(V)<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ausgewählt ist aus Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> und Mischungen davon,

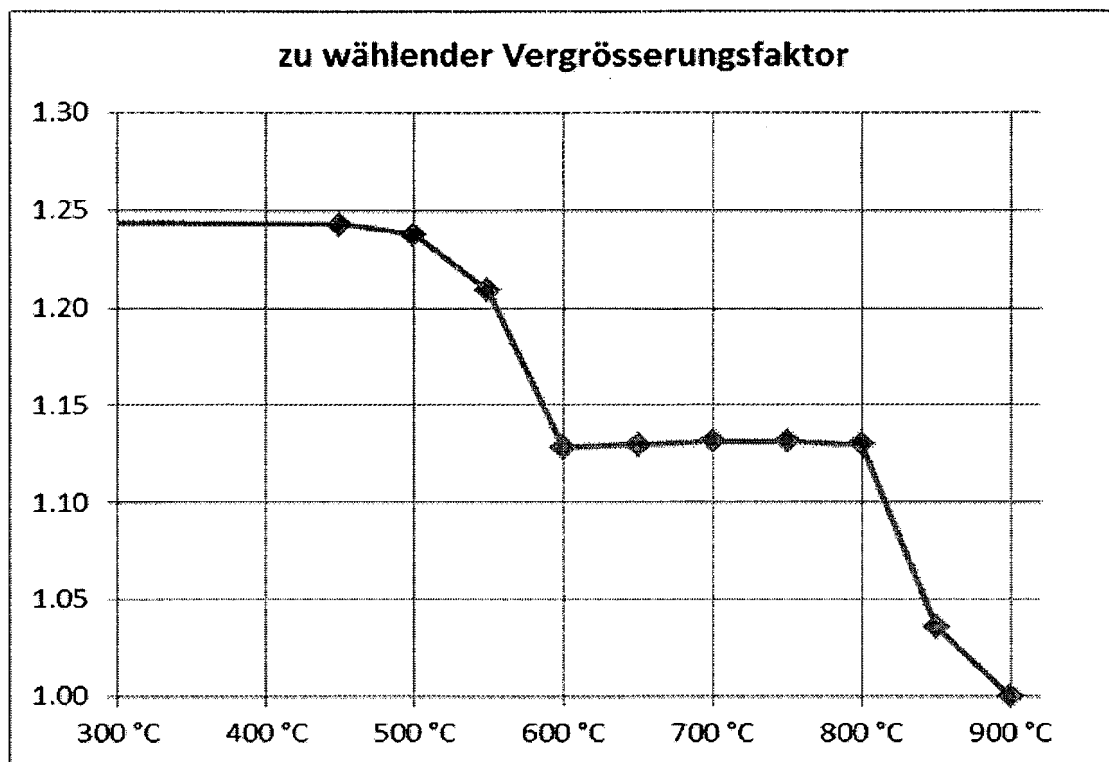
Me(VI)O<sub>3</sub> ausgewählt ist aus WO<sub>3</sub>, MoO<sub>3</sub> und Mischungen davon, und

Keimbildner ausgewählt ist aus P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, Metallen und Mischungen davon.

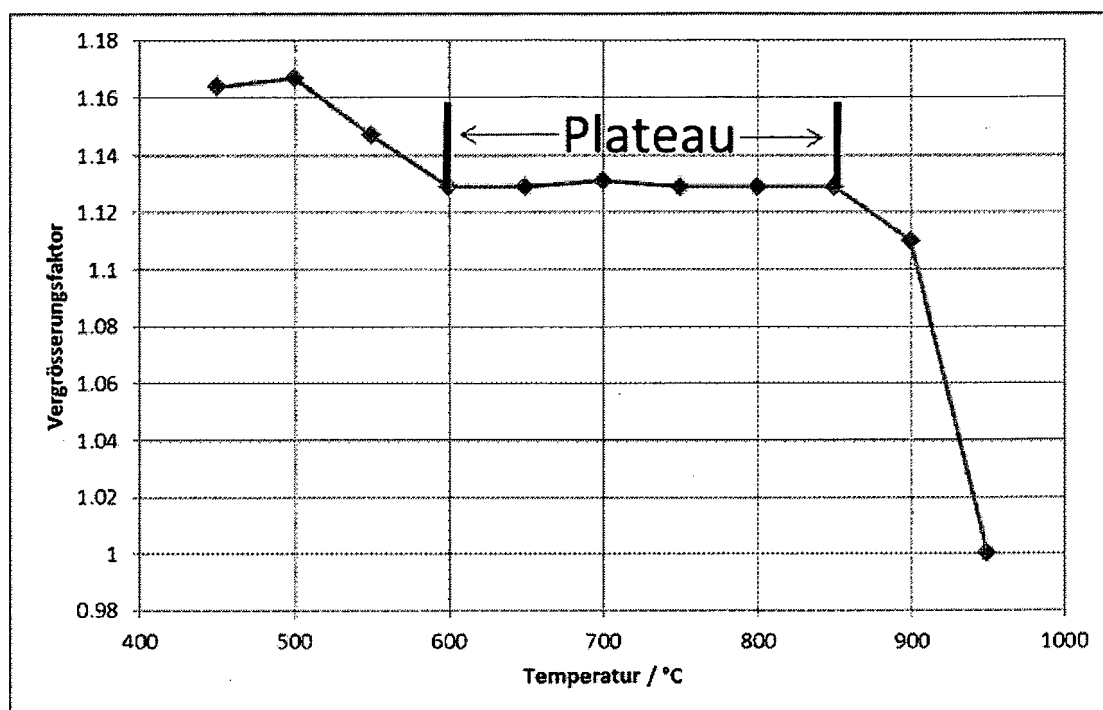
5. Rohling nach einem der Ansprüche 1 bis 4, der mindestens zwei Bereiche, insbesondere Schichten, aufweist, die sich durch ihre Färbung oder Transluzenz unterscheiden.
6. Rohling nach einem der Ansprüche 1 bis 5, der einen Halter für eine Bearbeitungsvorrichtung aufweist.
7. Rohling nach einem der Ansprüche 1 bis 6, der eine Schnittstelle, insbesondere in Form einer Ausnehmung, zur Verbindung mit einem Dentalimplantat aufweist.
8. Rohling nach einem der Ansprüche 1 bis 7, der durch das Verfahren nach einem der Ansprüche 10 oder 11 erhältlich ist.
9. Rohling nach einem der Ansprüche 1 bis 8, der eine relative Dichte aufweist, die sich ergibt, wenn

- (a) Pulver eines entsprechenden Ausgangsglases mit einer mittleren Teilchengröße von  $< 100 \mu\text{m}$ , bezogen auf die Anzahl der Teilchen, bei einem Druck von 20 MPa bis 200 MPa, bevorzugt 40 bis 120 MPa und besonders bevorzugt 50 bis 100 MPa uniaxial oder isostatisch verpresst und
  - (b) der erhaltene Glaspulverpressling für 2 bis 120 min, bevorzugt 5 bis 60 min und besonders bevorzugt 10 bis 30 min bei einer Temperatur wärmebehandelt wird, die
    - (i) mindestens  $500^{\circ}\text{C}$ , insbesondere mindestens  $540^{\circ}\text{C}$  und bevorzugt mindestens  $580^{\circ}\text{C}$  beträgt, und
    - (ii) in einem Bereich liegt, der sich über mindestens 30K, insbesondere mindestens 50K und bevorzugt mindestens 70K erstreckt und in dem die relative Dichte um weniger als 2.5 %, insbesondere weniger als 2.0 % und bevorzugt weniger als 1.5 % variiert.
10. Verfahren zur Herstellung des Rohlings nach einem der Ansprüche 1 bis 7 oder 9, bei dem
- (a) Lithiumsilikat-Glas in Pulver- oder Granulatform zu einem Glasrohling verpresst wird,
  - (b) der Glasrohling wärmebehandelt wird, um einen vorgesinterten Rohling auf Basis von Lithiumdisilikat-Glaskeramik herzustellen, wobei die Temperatur der Wärmebehandlung
    - (i) mindestens  $500^{\circ}\text{C}$ , insbesondere mindestens  $540^{\circ}\text{C}$  und bevorzugt mindestens  $580^{\circ}\text{C}$  beträgt, und
    - (ii) in einem Bereich liegt, der sich über mindestens 30K, insbesondere mindestens 50K und bevorzugt mindestens 70K erstreckt und in dem die relative Dichte um weniger als 2.5 %, insbesondere weniger als 2.0 % und bevorzugt weniger als 1.5 % variiert.

11. Verfahren nach Anspruch 10, bei dem in Schritt (a) mindestens zwei Lithiumsilikat-Gläser eingesetzt werden, die sich durch ihre Färbung oder Transluzenz unterscheiden.
12. Verfahren zur Herstellung von Dentalrestaurationen, bei dem
  - (i) der vorgesinterte Rohling auf Basis von Lithiumdisilikat-Glaskeramik nach einem der Ansprüche 1 bis 9 durch maschinelle Bearbeitung zu einer Vorstufe der Dentalrestauration geformt wird,
  - (ii) die Vorstufe im Wesentlichen dichtgesintert wird, um die Dentalrestauration zu ergeben, und
  - (iii) gegebenenfalls die Oberfläche der Dentalrestauration endbehandelt wird.
13. Verfahren nach Anspruch 12, bei dem die maschinelle Bearbeitung mit computergesteuerten Fräs- und/oder Schleifvorrichtungen erfolgt.
14. Verfahren nach Anspruch 12 oder 13, bei dem das Verfahren gemäß Anspruch 10 oder 11 durchgeführt wird, um den vorgesinterten Rohling auf Basis von Lithiumdisilikat-Glaskeramik zu erhalten.
15. Verfahren nach einem der Ansprüche 12 bis 14, bei dem die Dentalrestaurationen ausgewählt sind aus Kronen, Abutments, Abutmentkronen, Inlays, Onlays, Veneers, Schalen, Brücken und Überwürfen.
16. Verwendung des Rohlings nach einem der Ansprüche 1 bis 9 zur Herstellung von Dentalrestaurationen und insbesondere von Kronen, Abutments, Abutmentkronen, Inlays, Onlays, Veneers, Schalen, Brücken und Überwürfen.



Figur 1



Figur 2



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No  
PCT/EP2013/059700

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

INV. C03C3/083 C03C3/085 C03C3/095 C03C3/097 C03C10/00  
C03C4/00 A61C13/00 A61K6/027 C03B32/02 C04B35/16

ADD.

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C03C A61C A61K C03B C04B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 6 455 451 B1 (BRODKIN DMITRI [US] ET AL) 24 September 2002 (2002-09-24) abstract claims 1,17-66	1-16
X	EP 1 688 398 A1 (IVOCLAR VIVADENT AG [LI]) 9 August 2006 (2006-08-09) abstract claims 1,24-28	1-16
X	EP 1 505 041 A1 (IVOCLAR VIVADENT AG [LI]) 9 February 2005 (2005-02-09) abstract claims 1,27-52	1-16
A	DE 24 51 121 A1 (GEN ELECTRIC) 7 May 1975 (1975-05-07) the whole document	1-16



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

### \* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

6 August 2013

Date of mailing of the international search report

13/08/2013

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Mertins, Frédéric

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2013/059700

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 6455451	B1	24-09-2002	EP 1149058 A2 31-10-2001
		US 6455451 B1	24-09-2002
		WO 0034196 A2	15-06-2000
EP 1688398	A1	09-08-2006	EP 1688398 A1 09-08-2006
		EP 2261184 A2	15-12-2010
EP 1505041	A1	09-02-2005	AT 553071 T 15-04-2012
		DE 10336913 A1	17-03-2005
		EP 1505041 A1	09-02-2005
		EP 2269960 A2	05-01-2011
		EP 2284133 A2	16-02-2011
		EP 2305614 A2	06-04-2011
		EP 2479153 A2	25-07-2012
		JP 4777625 B2	21-09-2011
		JP 2005053776 A	03-03-2005
		JP 2010168278 A	05-08-2010
		JP 2011016720 A	27-01-2011
		US 2005098064 A1	12-05-2005
		US 2008120994 A1	29-05-2008
		US 2008125303 A1	29-05-2008
		US 2009291820 A1	26-11-2009
DE 2451121	A1	07-05-1975	DE 2451121 A1 07-05-1975
		JP S5094017 A	26-07-1975
		SE 7413686 A	02-05-1975

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2013/059700

## A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

INV. C03C3/083 C03C3/085 C03C3/095 C03C3/097 C03C10/00  
C03C4/00 A61C13/00 A61K6/027 C03B32/02 C04B35/16

ADD.

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC

## B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationsymbole)

C03C A61C A61K C03B C04B

Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data

## C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	US 6 455 451 B1 (BRODKIN DMITRI [US] ET AL) 24. September 2002 (2002-09-24) Zusammenfassung Ansprüche 1,17-66	1-16
X	EP 1 688 398 A1 (IVOCLAR VIVADENT AG [LI]) 9. August 2006 (2006-08-09) Zusammenfassung Ansprüche 1,24-28	1-16
X	EP 1 505 041 A1 (IVOCLAR VIVADENT AG [LI]) 9. Februar 2005 (2005-02-09) Zusammenfassung Ansprüche 1,27-52	1-16
A	DE 24 51 121 A1 (GEN ELECTRIC) 7. Mai 1975 (1975-05-07) das ganze Dokument	1-16

☐ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen ☒ Siehe Anhang Patentfamilie

\* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" frühere Anmeldung oder Patent, die bzw. das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

6. August 2013

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

13/08/2013

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Mertins, Frédéric

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2013/059700

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US 6455451	B1	24-09-2002	EP 1149058 A2 31-10-2001
			US 6455451 B1 24-09-2002
			WO 0034196 A2 15-06-2000
EP 1688398	A1	09-08-2006	EP 1688398 A1 09-08-2006
			EP 2261184 A2 15-12-2010
EP 1505041	A1	09-02-2005	AT 553071 T 15-04-2012
			DE 10336913 A1 17-03-2005
			EP 1505041 A1 09-02-2005
			EP 2269960 A2 05-01-2011
			EP 2284133 A2 16-02-2011
			EP 2305614 A2 06-04-2011
			EP 2479153 A2 25-07-2012
			JP 4777625 B2 21-09-2011
			JP 2005053776 A 03-03-2005
			JP 2010168278 A 05-08-2010
			JP 2011016720 A 27-01-2011
			US 2005098064 A1 12-05-2005
			US 2008120994 A1 29-05-2008
			US 2008125303 A1 29-05-2008
			US 2009291820 A1 26-11-2009
DE 2451121	A1	07-05-1975	DE 2451121 A1 07-05-1975
			JP S5094017 A 26-07-1975
			SE 7413686 A 02-05-1975

欧洲专利申请号：13724202.0

欧洲专利公开号：EP2847138

欧洲专利公开日：2015 年 03 月 18 日

## 摘 要

本发明描述了基于焦硅酸锂玻璃陶瓷的预烧结坯料，其特别适合于制备牙科修复物。