

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **3 006 442**

51 Int. Cl.:

**B32B 18/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.11.2018** E 18209308 (8)

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.01.2025** EP 3659548

54 Título: **Procedimiento para producir una restauración dental**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**18.03.2025**

73 Titular/es:

**IVOCLAR VIVADENT AG (100.00%)  
Bendererstrasse 2  
9494 Schaan, LI**

72 Inventor/es:

**ROTHBRUST, FRANK;  
JIANG, BO;  
JUSSEL, RUDOLF y  
RITZBERGER, CHRISTIAN**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

**ES 3 006 442 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**

Procedimiento para producir una restauración dental

5 La presente invención se refiere a un procedimiento en el que partiendo de un material cerámico de óxido, permite producir en poco tiempo una restauración dental con excelentes propiedades. La invención también se refiere al uso de un material cerámico de óxido para producir una restauración dental por medio del procedimiento según la invención.

10 Los materiales cerámicos, como las cerámicas de óxido, se utilizan a menudo para producir restauraciones dentales totalmente anatómicas. Estos ofrecen un alto nivel de seguridad clínica, normalmente no contienen metal, también pueden usarse para preparaciones mínimamente invasivas y tienen un precio muy atractivo en comparación con otras restauraciones exentas de metal. Sin embargo, la desventaja son las numerosas etapas de trabajo que normalmente se requieren para producir tales restauraciones.

Las restauraciones generalmente se fresan o se pulen a partir de piezas en bruto presinterizadas, se tiñen si es necesario, se sinterizan densamente mediante tratamiento térmico y finalmente se tiñen, se glasean y/o se pulen si es necesario.

15 Los procedimientos de sinterización convencionales para cerámica dental incluyen un calentamiento lento hasta una temperatura máxima a la que el material cerámico de óxido utilizado se sinteriza densamente. Debido a la baja tasa de calentamiento, un proceso de sinterización de ese tipo dura normalmente mucho más de 4 horas y, por lo tanto, contribuye en gran medida a una duración insatisfactoria del ciclo de producción de cerámica dental, especialmente para tratamientos en una clínica dental.

20 En general se conocen enfoques para acelerar el proceso de sinterización, aumentando la tasa de calentamiento.

De este modo, el documento EP 2 098 188 A1 describe un horno dental y un procedimiento para sinterizar materiales dentales, en donde el horno se calienta hasta una temperatura previa a la sinterización de al menos 1000°C en un primer período de calentamiento, con una tasa de calentamiento rápida de más de 50 K/min.

25 El documento EP 2 101 133 A1 describe un horno de sinterización y un procedimiento para la sinterización de preparaciones dentales, en donde las preparaciones dentales se mueven a lo largo de una sección de sinterización y se exponen a diferentes temperaturas. En una primera sección se pueden utilizar tasas de calentamiento elevadas de 300 K/min o más.

El documento WO 2012/057829 A2 describe un procedimiento para sinterizar rápidamente cerámicas usando inducción electromagnética o un plasma.

30 El documento WO 2015/091744 A1 describe un procedimiento para planificar la sinterización de una pieza de repuesto dental, en donde un perfil de temperatura para el tratamiento térmico de la pieza de repuesto dental se determina automáticamente usando un ordenador, dependiendo de ciertos parámetros geométricos y materiales de la pieza de repuesto dental que se va a producir. Por ello, para sinterizar determinadas piezas de repuesto dentales se utiliza una tasa de calentamiento de entre 100 K/min y 400 K/min.

35 El documento WO 2015/121364 A1 describe un horno de sinterización para componentes dentales con un dispositivo de calentamiento que permite una tasa de calentamiento de al menos 200 K/min en la zona útil.

También se conoce la sinterización de materiales dentales bajo un gas protector o al vacío.

El documento WO 2011/020688 A1 describe un dispositivo para la sinterización sin oxígeno de metal o cerámica en la técnica dental bajo un gas protector.

40 El documento EP 2 703 760 A1 describe un horno dental para sinterizar una prótesis dental, cuya cámara de calentamiento se puede cerrar mediante un dispositivo de cierre convencional, como por ejemplo, una puerta o mediante una pieza accesoría con un recipiente de vacío y, por lo tanto, se puede utilizar para una sinterización normal o para una sinterización al vacío.

45 El documento EP 2 022 442 A1 se refiere a pilares dentales y a un procedimiento para su producción, en donde a partir de un polvo cerámico de óxido que contiene aglutinante se forman cuerpos en verde y estos se desaglutinan y sinterizan mediante dos tratamientos térmicos sucesivos. Esos tratamientos térmicos pueden realizarse al aire, al vacío o en presencia de un gas como nitrógeno o argón. La atmósfera se puede cambiar para ello durante la sinterización, de tal manera que la sinterización se realice primero a presión reducida y después en una atmósfera inerte.

50 El documento WO 2015/200017 A1 describe un procedimiento para producir restauraciones dentales, en donde se sinteriza un material de partida poroso para obtener una vitrocerámica de disilicato de litio sinterizada, teniendo lugar la sinterización por encima de una temperatura de 600-700°C a una presión más baja que por debajo de esa temperatura.

El documento EP 0 853 938 A1 describe restauraciones dentales de metal que pueden contener ciertas cantidades de óxido. Para producir las restauraciones dentales, se desaglutina y se sinteriza un cuerpo en verde en una atmósfera no oxidante.

5 El documento US 2017/349494 A1 describe cuerpos sinterizados de óxido de circonio que pueden usarse como materiales de restauración dental. Estos se pueden producir, entre otras cosas, mediante una sinterización en dos etapas de un cuerpo en verde, en donde la primera sinterización se puede realizar sin presión de 1000°C hasta menos de 1650°C y la segunda sinterización se puede realizar a al menos 1650°C. Para obtener cuerpos sinterizados de alta densidad, en la segunda sinterización se puede utilizar un prensado isostático en caliente (HIP) con argón, nitrógeno u oxígeno como medio de presión, entre los cuales se prefiere el argón.

10 Sin embargo, se ha mostrado que los enfoques conocidos para acelerar el proceso de sinterización conducen a materiales cerámicos cuyas propiedades, especialmente en términos ópticos, no satisfacen los requisitos exigentes del sector dental.

15 Por lo tanto, el objetivo de la invención es proporcionar un procedimiento para producir una restauración dental en el que mediante una sinterización de material cerámico de óxido se puedan producir en poco tiempo restauraciones dentales con excelentes propiedades mecánicas y, en particular, ópticas.

Este objetivo se consigue según la invención mediante el procedimiento para producir una restauración dental según las reivindicaciones 1 a 15. Otro objeto de la invención también es el uso de un material cerámico de óxido para producir una restauración dental según la reivindicación 16.

20 El procedimiento según la invención para producir una restauración dental se caracteriza por que un material cerámico de óxido

- (a) se somete a un primer tratamiento térmico,
- (b) se somete a un segundo tratamiento térmico y
- (c) se enfría,

25 en donde el tratamiento térmico en la etapa (a) tiene lugar a una presión más baja que el tratamiento térmico en la etapa (b) y el tratamiento térmico en la etapa (b) tiene lugar en una atmósfera que contiene oxígeno

y en donde

el tratamiento térmico en la etapa (a) tiene lugar a una presión inferior a 200 mbar y/o

en la etapa (b) el material cerámico de óxido (b1) se calienta adicionalmente de forma opcional y (b2) se mantiene a una temperatura en el intervalo de 1100 a 1600°C y se sinteriza.

30 Sorprendentemente se ha encontrado que el procedimiento según la invención permite una sinterización muy rápida de cerámicas de óxido para formar restauraciones dentales que tienen buenas propiedades mecánicas y en particular una alta densidad y que al mismo tiempo también cumplen con los altos requisitos estéticos de las restauraciones dentales y pueden imitar excelentemente las propiedades ópticas del material dental natural.

35 El material cerámico de óxido usado en la etapa (a) es normalmente un material cerámico de óxido no sinterizado densamente y en particular un material cerámico de óxido presinterizado. El material cerámico de óxido utilizado tiene habitualmente una densidad relativa en el intervalo del 30 al 90%, en particular en el intervalo del 40 al 80% y preferentemente en el intervalo del 50 al 70%, en cada caso referido a la densidad pura del material cerámico de óxido.

La densidad relativa es por tanto la relación entre la densidad aparente del material cerámico de óxido y la densidad pura del material cerámico de óxido.

40 La densidad aparente del material cerámico de óxido se puede calcular mediante el método de inmersión según la norma ISO 18754, a partir de la masa de la muestra seca ( $m_i$ ), la masa aparente de una muestra sumergida en un líquido de inmersión ( $m_l$ ) y la densidad del líquido de inmersión ( $\rho_l$ ), según la fórmula

$$\rho = \frac{m_l}{m_l - m_i} \times \rho_l$$

Como líquido de inmersión se utiliza preferentemente tetracloruro de carbono (CCl<sub>4</sub>).

45 La densidad pura del material cerámico de óxido se determina moliendo el material cerámico de óxido hasta obtener un polvo con un tamaño medio de partículas de 10 a 30  $\mu\text{m}$ , en particular de 20  $\mu\text{m}$ , referido al número de partículas, y determinando la densidad del polvo usando un picnómetro. El tamaño de las partículas se puede determinar, por ejemplo, con el analizador de tamaño de partículas CILAS® 1064 de Quantachrome GmbH & Co. KG, que utiliza difracción láser según la norma ISO 13320 (2009).

En la etapa (a), el material cerámico de óxido se calienta preferiblemente a una temperatura en el intervalo de 1100 a 1600°C, en particular en el intervalo de 1200 a 1500°C, preferiblemente en el intervalo de 1250 a 1450°C y más preferiblemente en el intervalo de 1300 a 1400°C y lo más preferiblemente a aproximadamente 1350°C. Se prefiere además que el material cerámico de óxido al final de la etapa (a) tenga una densidad relativa en el intervalo del 90 al 97%, en particular en el intervalo del 93 al 96% y preferiblemente una densidad relativa de aproximadamente el 95%, en cada caso, en función de la densidad pura del material cerámico de óxido.

Preferiblemente, el material cerámico de óxido se calienta en la etapa (a) con una tasa de calentamiento en el intervalo de 10 a 500 K/min, en particular de 50 a 250 K/min y preferiblemente de 100 a 200 K/min. En una realización preferida, el material cerámico de óxido se calienta primero con una tasa de calentamiento de 50 a 500 K/min, en particular de 100 a 250 K/min y preferiblemente de 150 a 200 K/min, hasta una temperatura que se encuentra de 100 a 700 K, en particular de 200 a 450 K y preferiblemente aproximadamente 350 K por debajo de la temperatura máxima alcanzada en la etapa (a), y posteriormente se calienta aún más con una tasa de calentamiento de 10 a 200 K/min, en particular de 25 a 150 K/min y preferentemente de 50 a 100 K/min.

Según la invención, el tratamiento térmico en la etapa (a) se realiza a una presión más baja que el tratamiento térmico en la etapa (b). El tratamiento térmico en la etapa (a) se realiza preferentemente a una presión inferior a 200 mbar, preferentemente inferior a 100 mbar y de forma especialmente preferente inferior a 50 mbar, y en particular a una presión en el intervalo de 0,1 a 200 mbar, preferentemente en el intervalo de 1 a 150 mbar y lo más preferiblemente en el intervalo de 50 a 100 mbar.

Esa presión se puede ajustar a temperatura ambiente antes de que comience el calentamiento del material cerámico de óxido. Alternativamente, el material cerámico de óxido se puede calentar primero a una temperatura superior a la temperatura ambiente antes de ajustar la presión definida para la etapa (a). Esa temperatura está preferiblemente en el intervalo de 20 a 500°C y en particular en el intervalo de 25 a 100°C.

En la etapa (b), el material cerámico de óxido se calienta preferiblemente (b1) dado el caso, adicionalmente y (b2) se mantiene a una temperatura, preferiblemente constante, en el intervalo de 1100 a 1600°C, en particular en el intervalo de 1300 a 1600°C y preferiblemente en el intervalo de 1350 a 1550°C y de manera particularmente preferida a una temperatura de aproximadamente 1500°C y se sinteriza. El calentamiento adicional en la etapa (b1) se realiza preferentemente con una tasa de calentamiento de 10 a 200 K/min, en particular de 25 a 150 K/min y preferentemente de 50 a 100 K/min. El mantenimiento en la etapa (b2) se lleva a cabo preferentemente durante 1 a 60 minutos, en particular 2 a 30 minutos, preferentemente 3 a 15 minutos y de forma especialmente preferente aproximadamente durante 5 minutos. Al mantener a la temperatura adecuada, el material cerámico de óxido normalmente se sinteriza densamente. A continuación, el material cerámico de óxido tiene preferiblemente una densidad relativa de al menos el 97%, en particular al menos el 98%, preferiblemente al menos el 99% y lo más preferiblemente al menos el 99,5%, en cada caso referida a la densidad pura del material cerámico de óxido.

Según la invención, el tratamiento térmico en la etapa (b) se realiza a una presión mayor que el tratamiento térmico en la etapa (a). El tratamiento térmico en la etapa (b) se lleva a cabo preferentemente a una presión superior a 500 mbar y en particular a presión ambiente.

El tratamiento térmico en la etapa (b) tiene lugar en una atmósfera que contiene oxígeno. A modo de atmósfera que contiene oxígeno son especialmente adecuados el aire, el aire enriquecido con oxígeno, así como el oxígeno. Para proporcionar una atmósfera de ese tipo, la cámara de calentamiento utilizada para el tratamiento térmico puede llenarse con aire y/u oxígeno. En una realización preferida, durante la etapa (b), en la cámara de calentamiento utilizada para el tratamiento térmico se hace fluir de forma discontinua o preferentemente de forma continua una atmósfera que contiene oxígeno, preferentemente aire, aire enriquecido con oxígeno u oxígeno, en particular con un caudal de 0,1 a 50 l/min, preferiblemente de 1 a 20 l/min y de manera particularmente preferida de 4 a 8 l/min.

Además, se prefiere que el material cerámico de óxido se caliente en la etapa (a) a una temperatura que sea de 0 a 500 K, en particular de 10 a 250 K, preferiblemente de 50 a 200 K y de manera particularmente preferida de 100 a 150 K inferior a la temperatura o al intervalo de temperatura en la que se mantiene el material cerámico de óxido en la etapa (b).

A continuación, se enfría el material cerámico de óxido en la etapa (c). Preferiblemente, el material cerámico de óxido se enfría a una temperatura que está en el intervalo de 20 a 1300°C, en particular en el intervalo de 100 a 1250°C y preferiblemente en el intervalo de 1000 a 1200°C. Después de alcanzar esa temperatura, el material cerámico de óxido se puede retirar de la cámara de calentamiento. El enfriamiento se realiza preferentemente con una tasa de enfriamiento de 50 a 200 K/min, en particular de 75 a 175 K/min y preferentemente de 100 a 150 K/min.

El material cerámico de óxido obtenido de acuerdo con el procedimiento según la invención, presenta preferentemente un tamaño de grano promedio numérico en el intervalo de 1 nm a 1.000 nm, en particular de 10 nm a 800 nm y preferentemente de 100 nm a 600 nm. El tamaño de grano promedio numérico se puede determinar especialmente mediante el método de corte lineal según DIN EN 623-3 o ASTM E 112, pudiéndose convertir el valor determinado en el tamaño de grano promedio numérico real en la microestructura tridimensional según M. I. Mendelson, J. Am. Ceram. Soc. 1969, 52(8), 443-446, multiplicando por una constante de proporcionalidad de 1,56.

5 El procedimiento según la invención es adecuado para diversos tipos de materiales cerámicos de óxido. Los materiales cerámicos de óxido son generalmente materiales cerámicos altamente cristalinos que se basan en compuestos de óxido y solo tienen una proporción muy pequeña de fase vítrea. Los materiales cerámicos de óxido típicos se basan en  $ZrO_2$ ,  $Al_2O_3$ ,  $TiO_2$ ,  $MgO$ , combinaciones, cristales mixtos o sus compuestos, en particular  $ZrO_2/Al_2O_3$  (ZTA),  $Al_2O_3/ZrO_2$  (ATZ) o  $ZrO_2$ /espinela, en donde la espinela es preferentemente espinela Sr, espinela Mg, espinela La y/o espinela Ce. Se prefieren según la invención los materiales cerámicos de óxido a base de  $ZrO_2$  y/o  $Al_2O_3$ .

10 Se prefieren especialmente los materiales cerámicos de óxido a base de óxido de circonio y en particular a base de óxido de circonio tetragonal policristalino (TZP). Se prefieren especialmente los materiales cerámicos de óxido a base de óxido de circonio, en donde el óxido de circonio se estabiliza con  $Y_2O_3$ ,  $La_2O_3$ ,  $CeO_2$ ,  $MgO$  y/o  $CaO$  y se estabiliza preferentemente con un 2 hasta un 12% en moles, en particular un 3 hasta un 5% en moles de esos óxidos, referido al contenido en óxido de circonio.

15 Se prefiere además que el material cerámico de óxido esté coloreado. Según la invención, se entiende por coloreado un material cerámico de óxido que está mezclado con uno o varios elementos colorantes. Ejemplos de elementos colorantes adecuados son Fe, Mn, Cr, Pr, Tb, Er, Yb, Ce, Co, Ni, Nd, Cu y Bi. De manera especialmente preferida, el material cerámico de óxido comprende al menos dos capas que se diferencian en su color.

Para los fines de la presente solicitud, los términos "color" y "coloreado" se refieren al color, luminosidad y/o translucidez de un material.

"Translucidez" es la permeabilidad a la luz de un material, cuerpo o capa, es decir, la relación entre la intensidad de la luz transmitida y la irradiada.

20 Los colores también se pueden caracterizar mediante las coordenadas de color  $L^*$ ,  $a^*$  y  $b^*$  en el espacio de color  $L^*a^*b^*$  o mediante un código de color comúnmente utilizado en la industria dental. En el espacio de color  $L^*a^*b^*$ , el valor  $L^*$  describe la luminosidad de un color con valores de 0 (negro) a 100 (blanco), el valor  $a^*$  describe el componente verde o rojo de un color, en donde los valores negativos representan el verde y los valores positivos el rojo, y el valor  $b^*$  representa el componente azul o amarillo de un color, en donde los valores negativos representan el azul y los valores positivos representan el amarillo. Ejemplos de códigos de colores comunes en la industria dental son Vitapan classical® y Vita 3D Master®, ambos de VITA Zahnfabrik H. Rauter GmbH & Co. KG y Chromascop® de Ivoclar Vivadent AG. La translucidez se puede caracterizar mediante el valor de contraste CR, en donde 0% significa totalmente transparente y 100% significa totalmente opaco.

30 Las coordenadas de color  $L^*$ ,  $a^*$  y  $b^*$  se determinan normalmente según DIN 5033 y DIN 6174 y la translucidez se determina según BS 5612. Las mediciones correspondientes se pueden realizar en particular utilizando un espectrofotómetro del tipo CM-3700d (Konica-Minolta). Para ello en las mediciones se utilizan cuerpos de prueba que se han pulido en húmedo por ambos lados con partículas de diamante (tamaño de partícula 15-20  $\mu m$ ) para obtener un espesor final de muestra de  $2,00 \pm 0,025$  mm.

35 Preferiblemente, el color o los colores de la restauración dental obtenida según la invención están en el intervalo de los colores de los dientes naturales. De manera especialmente preferida, las restauraciones dentales obtenidas según la invención tienen un valor  $L^*$  en el intervalo de 50 a 100, en particular en el intervalo de 80 a 97, un valor  $a^*$  en el intervalo de -10 a 10, en particular en el intervalo de -1 a 5, un valor  $b^*$  en el intervalo de 0 a 50, en particular en el intervalo de 1 a 20, y/o un valor CR en el intervalo de 50 a 100%, en particular en el intervalo de 75 a 99%.

40 El procedimiento según la invención es especialmente adecuado para la producción de restauraciones dentales. Las restauraciones dentales particularmente preferidas son puentes, incrustaciones (inlays), sobreincrustaciones (onlays), coronas, carillas, láminas y pilares. El procedimiento según la invención es particularmente adecuado para producir restauraciones dentales, en particular puentes, que comprenden dos o más miembros.

La invención también se refiere al uso de un material cerámico de óxido para producir una restauración dental en donde el material cerámico de óxido

- 45
- (a) se somete a un primer tratamiento térmico,
  - (b) se somete a un segundo tratamiento térmico y
  - (c) se enfría,

en donde el tratamiento térmico en la etapa (a) tiene lugar a una presión más baja que el tratamiento térmico en la etapa (b) y el tratamiento térmico en la etapa (b) tiene lugar en una atmósfera que contiene oxígeno

50 y en donde

el tratamiento térmico en la etapa (a) tiene lugar a una presión inferior a 200 mbar y/o

en la etapa (b) el material cerámico de óxido (b1) se calienta adicionalmente de forma opcional (b2), se mantiene a una temperatura en el intervalo de 1100 a 1600°C y se sinteriza.

Las realizaciones de uso preferidas son las descritas anteriormente para el procedimiento según la invención.

La invención se explica más detalladamente a continuación mediante ejemplos.

**Ejemplos**

Procedimiento general: producción de cuerpos de prueba

5 A partir de bloques o discos de cerámica de óxido disponibles comercialmente, se produjeron cuerpos de prueba con una altura de 17 mm, una anchura de 15,5 mm y un espesor de 2,5 a 3,5 mm, mediante corte en seco con una sierra de diamante. Después del corte, los cuerpos de prueba se secaron en una estufa de secado a 80°C durante 2 horas.

**Ejemplo 1A**

10 Un cuerpo de prueba obtenido de acuerdo con el procedimiento general a partir de bloques cerámicos de óxido comercialmente disponibles, basados en óxido de circonio con 3% en moles de Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (IPS e.max ZirCAD LT BL, Ivoclar Vivadent) se sinterizó en un horno de sinterización con un elemento calefactor de SiC. Para ello se colocó el cuerpo de prueba a temperatura ambiente en la cámara de calentamiento del horno de sinterización, se cerró la cámara de calentamiento y se creó en la cámara de calentamiento un vacío parcial con una presión final de aproximadamente 50 a 100 mbar. El cuerpo de prueba se calentó a una temperatura de aproximadamente 1000°C con una tasa de calentamiento de aproximadamente 180 K/min y se calentó adicionalmente a una temperatura de aproximadamente 1350°C con una tasa de calentamiento de aproximadamente 80 K/min. Cuando se alcanzó esa temperatura, la cámara de calentamiento se llenó de aire fresco y luego el aire fresco se hizo circular a través de la misma de forma continua con un caudal de aproximadamente 5 l/min, mientras que el cuerpo de prueba se calentaba adicionalmente a una temperatura de 1500°C con una tasa de calentamiento de aproximadamente 80 K/min, la temperatura se mantuvo durante aproximadamente 5 minutos y luego se enfrió a una temperatura de aproximadamente 1100°C con una tasa de enfriamiento de aproximadamente 140 K/min. A continuación, se abrió la cámara de calentamiento. La duración total del proceso de sinterización era de aproximadamente 19,5 minutos.

**Ejemplo 1B (comparación)**

25 Se repitió el Ejemplo 1A, pero no se generó vacío, sino que se hizo circular aire fresco continuamente a través de la cámara de calentamiento con un caudal de aproximadamente 5 l/min durante toda la duración del proceso de sinterización.

**Ejemplo 1C (comparación)**

30 Un cuerpo de prueba obtenido de acuerdo con el procedimiento general a partir de bloques cerámicos de óxido comercialmente disponibles, basados en óxido de circonio con 3% en moles de Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (IPS e.max ZirCAD LT BL, Ivoclar Vivadent) se sinterizó en un horno de sinterización de tipo Programat CS4 (Ivoclar Vivadent) con el programa P2 sin presecado automático. El cuerpo de prueba se calentó desde la temperatura ambiente hasta aproximadamente 900°C con una tasa de calentamiento de aproximadamente 130 K/min, luego hasta aproximadamente 1035°C con una tasa de calentamiento de aproximadamente 50 K/min y finalmente hasta aproximadamente 1460°C con una tasa de calentamiento de aproximadamente 15 K/min. El cuerpo de prueba se mantuvo a esa temperatura durante aproximadamente 6 minutos y luego se enfrió a una temperatura de aproximadamente 1200°C con una tasa de enfriamiento de aproximadamente 70 K/min. A continuación, se abrió la cámara de calentamiento. La duración total del proceso de sinterización era de aproximadamente 47 minutos.

La densidad, la translucidez y las coordenadas de color de los materiales de cerámica de óxido obtenidos en los Ejemplos 1A-C se muestran en la Tabla 1.

40

Tabla 1

Ejemplo	Duración de la sinterización [min]	Densidad [g/cm <sup>3</sup> ]	CR [%]	L*	a*	b*
1A	19,5	6,065	88,99	95,87	-0,37	1,75
1B (comparación)	19,5	6,066	92,54	96,14	-0,31	1,81
1C (comparación)	47	6,068	88,53	95,79	-0,27	1,96

El procedimiento según la invención según el Ejemplo 1A permite alcanzar a continuación una densidad comparable a los Ejemplos 1B y 1C con un tiempo de sinterización muy corto, inferior a 20 minutos y al mismo tiempo obtener una translucidez comparable a la translucidez obtenida con una sinterización lenta según el Ejemplo 1C y significativamente mayor que la translucidez obtenida con una sinterización rápida según el Ejemplo 1B.

5 **Ejemplo 2**

Los cuerpos de prueba obtenidos de acuerdo con el procedimiento general a partir de bloques cerámicos de óxido disponibles comercialmente, basados en óxido de circonio con 3% en moles de  $Y_2O_3$  (IPS e.max ZirCAD LT BL B45 o IPS e.max ZirCAD LT A3 B45, Ivoclar Vivadent), o a partir de discos cerámicos de óxido disponibles comercialmente, basados en óxido de circonio (Zenostar MT 3, Wieland Dental+Technik), se sinterizaron en cada caso en un horno de sinterización con elemento calefactor de  $MoSi_2$ . Para ello, los cuerpos de prueba se colocaron a temperatura ambiente en la cámara de calentamiento del horno de sinterización, se cerró la cámara de calentamiento y se creó en la cámara de calentamiento un vacío parcial con una presión final <50 mbar. Los cuerpos de prueba se calentaron con una tasa de calentamiento de aproximadamente 180 K/min hasta una temperatura de aproximadamente 1050°C y adicionalmente con una tasa de calentamiento de aproximadamente 80 K/min hasta una temperatura de aproximadamente 1500°C. Según la Tabla 2, cuando se alcanzó una temperatura de 1350, 1400, 1450 o 1500°C, la cámara de calentamiento se inundó con aire fresco y luego durante el proceso de sinterización restante, se hizo circular continuamente aire fresco con un caudal de aproximadamente 5 l/min. Los cuerpos de prueba se mantuvieron a una temperatura de aproximadamente 1500°C durante aproximadamente 5 minutos y luego se enfriaron a una temperatura de aproximadamente 1100°C con una tasa de enfriamiento de aproximadamente 140 K/min. A continuación se abrió la cámara de calentamiento.

A modo de comparación, se repitió el modo de proceder anterior, pero no se generó vacío sino que se hizo circular aire fresco continuamente a través de la cámara de calentamiento, con un caudal de aproximadamente 5 l/min durante toda la duración del proceso de sinterización.

Las coordenadas de densidad, translucidez y color de los materiales cerámicos de óxido obtenidos se muestran en la Tabla 2.

Tabla 2

Material	Vacío hasta [°C]	Densidad [g/cm <sup>3</sup> ]	CR [%]	L*	a*	b*
IPS e.max ZirCAD LT BL B45	1350	6,072	91,06	95,48	-0,39	2,70
	1400	6,075	89,98	95,44	-0,41	2,95
	1450	6,077	89,04	95,38	-0,48	3,01
	1500	6,075	88,05	94,95	-0,47	3,25
	sin vacío*	6,070	92,35	96,06	-0,25	1,85
IPS e.max ZirCAD LT A3 B45	1350	6,079	96,66	82,78	4,76	17,89
	1400	6,080	96,96	83,12	4,55	17,45
	1450	6,081	94,14	81,31	5,41	18,34
	1500	6,078	97,62	83,59	3,80	16,37
	sin vacío*	6,070	97,29	84,82	3,77	16,34
Zenostar MT 3	1350	6,041	98,83	86,13	1,53	14,73
	1400	6,041	98,34	87,21	1,14	14,11

Material	Vacío hasta [°C]	Densidad [g/cm <sup>3</sup> ]	CR [%]	L*	a*	b*
	1450	6,048	96,93	83,93	2,23	15,91
	1500	6,044	98,71	86,16	1,48	15,65
	sin vacío*	6,033	99,50	86,96	1,27	14,45
* (Comparación)						

### Ejemplo 3

Los cuerpos de prueba obtenidos de acuerdo con el procedimiento general a partir de bloques cerámicos de óxido, disponibles comercialmente, basados en óxido de circonio que contienen un 3% en moles de Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (IPS e.max ZirCAD LT BL B45 o IPS e.max ZirCAD LT A3 B45, Ivoclar Vivadent), o a partir de discos cerámicos de óxido disponibles comercialmente, basados en óxido de circonio (Zenostar MT 3, Wieland Dental+Technik), se sinterizaron en cada caso en un horno de sinterización con un elemento calefactor de MoSi<sub>2</sub>. Para ello se colocaron los cuerpos de prueba en la cámara de calentamiento del horno de sinterización a temperatura ambiente, se cerró la cámara de calentamiento y en la cámara de calentamiento se creó un vacío parcial con una presión final de 50, 100 o 200 mbar según la Tabla 3. Los cuerpos de prueba se calentaron a una temperatura de aproximadamente 1000°C con una tasa de calentamiento de aproximadamente 180 K/min y luego a una temperatura de aproximadamente 1350°C con una tasa de calentamiento de aproximadamente 80 K/min. Cuando se alcanzó esa temperatura, la cámara de calentamiento se inundó con aire fresco y luego el aire fresco se hizo circular a través de ella continuamente con un caudal de aproximadamente 5 l/min, mientras que los cuerpos de prueba se calentaban adicionalmente a una temperatura de 1500°C con una tasa de calentamiento de aproximadamente 80 K/min. La temperatura se mantuvo durante aproximadamente 5 minutos y luego se enfrió a una temperatura de aproximadamente 1100°C con una tasa de enfriamiento de aproximadamente 140 K/min. A continuación se abrió la cámara de calentamiento.

La densidad de los materiales cerámicos óxidos obtenidos en cada caso se muestra en la Tabla 3.

Tabla 3

Material	Vacío parcial [mbar]	Densidad [g/cm <sup>3</sup> ]
IPS e.max ZirCAD LT A3 B45	50	6,085
	100	6,084
	200	6,081
Zenostar MT A3	50	6,052
	100	6,049
	200	6,048

### Ejemplo 4

Los cuerpos de prueba obtenidos de acuerdo con el procedimiento general a partir de bloques cerámicos de óxido, disponibles comercialmente, basados en óxido de circonio con un 3% en moles de Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (IPS e.max ZirCAD LT BL B45 o IPS e.max ZirCAD LT A3 B45, Ivoclar Vivadent), o a partir de discos cerámicos de óxido disponibles comercialmente, basados en óxido de circonio (Zenostar MT 3, Wieland Dental+Technik), se sinterizaron en cada caso en un horno de sinterización con un elemento calefactor de SiC. Para ello se colocaron los cuerpos de prueba a temperatura ambiente en la cámara de calentamiento del horno de sinterización, se cerró la cámara de calentamiento y se creó en

- la cámara de calentamiento un vacío parcial con una presión final de aproximadamente 50 a 100 mbar. Los cuerpos de prueba se calentaron con una tasa de calentamiento de aproximadamente 180 K/min hasta una temperatura de aproximadamente 1050°C y adicionalmente con una tasa de calentamiento de aproximadamente 80 K/min hasta una temperatura de aproximadamente 1500°C. Según la Tabla 4, cuando se alcanzó una temperatura de 1250, 1300 o 1350°C, la cámara de calentamiento se inundó con aire fresco o con oxígeno y luego éste se hizo circular a través de ella continuamente con un caudal de aproximadamente 5 l/min durante el resto del proceso de sinterización. Los cuerpos de prueba se mantuvieron a una temperatura de aproximadamente 1500°C durante aproximadamente 5 minutos y luego se enfriaron a una temperatura de aproximadamente 1100°C con una tasa de enfriamiento de aproximadamente 140 K/min. A continuación, se abrió la cámara de calentamiento.
- 5
- 10 A modo de comparación, se repitió el modo de proceder anterior, pero no se generó vacío sino que se hizo circular aire fresco u oxígeno continuamente a través de la cámara de calentamiento con un caudal de aproximadamente 5 l/min según la Tabla 4, durante toda la duración del proceso de sinterización. En otra comparación se repitió el modo de proceder anterior, pero el vacío parcial se mantuvo durante toda la duración del proceso de sinterización con una presión final de aproximadamente 50 a 100 mbar.
- 15 La densidad, el tamaño de grano promedio, la translucidez y las coordenadas de color de los materiales cerámicos de óxido obtenidos se muestran en la Tabla 4.

Tabla 4

Material	Vacío hasta [°C]	Atmósfera	Densidad [g/cm <sup>3</sup> ]	Tamaño de grano promedio [µm] *	CR [%]	L*	a*	b*
IPS e.max ZirCAD LT BL B45	1350	Aire	6,066	0,396 ± 0,075	88,99	95,87	-0,37	1,75
	1350	O <sub>2</sub>	6,057	0,375 ± 0,061	91,27	95,96	-0,27	1,83
	Aire continuo*		6,067	0,389 ± 0,077	92,54	96,14	-0,31	1,81
	O <sub>2</sub> continuo*		6,047	0,386 ± 0,062	95,11	96,59	-0,21	1,57
IPS e.max ZirCAD LT A3 B45	1300	Aire	6,088		97,57	83,58	4,34	17,13
	Aire continuo*		6,076		98,34	83,72	4,23	17,02
	O <sub>2</sub> continuo*		6,065		100	85,49	2,83	15,15
	1250	Aire	6,052	0,584 ± 0,103	96,54	83,38	2,46	15,94
Zenostar MT A3	1250	O <sub>2</sub>	6,052	0,543 ± 0,108	96,77	82,50	2,94	15,94
	Aire continuo*		6,051	0,499 ± 0,131	98,31	84,93	1,57	14,04
	Vacío continuo*		6,051	0,528 ± 0,097	97,64	82,01	0,09	12,05

\* (Comparación)

\*\* El tamaño de grano promedio numérico medido de acuerdo con DIN EN 623-3 según M. I. Mendelson, J. Am. Ceram. Soc. 1969, 52(8), 443-446, se multiplicó por 1,56 para obtener el diámetro promedio numérico real en la microestructura tridimensional.

**REIVINDICACIONES**

1. Procedimiento para la producción de una restauración dental, en el que un material cerámico de óxido
  - (a) se somete a un primer tratamiento térmico,
  - (b) se somete a un segundo tratamiento térmico y
  - 5 (c) se enfría,
 en donde el tratamiento térmico en la etapa (a) se efectúa a una presión más baja que el tratamiento térmico en la etapa (b) y el tratamiento térmico en la etapa (b) se efectúa en una atmósfera que contiene oxígeno y caracterizado por que el tratamiento térmico en la etapa (a) se efectúa a una presión inferior a 200 mbar y/o
  - 10 en la etapa (b) el material cerámico de óxido en una etapa (b1) se calienta opcionalmente de forma adicional y en una etapa (b2) se mantiene a una temperatura en el intervalo de 1100 a 1600°C y se sinteriza.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en donde en la etapa (a) el material cerámico de óxido se calienta a una temperatura que se encuentra en el intervalo de 1100 a 1600°C, en particular en el intervalo de 1200 a 1500°C, preferiblemente en el intervalo de 1250 a 1450°C y más preferiblemente en el intervalo de 1300 a 1400°C y lo más preferiblemente aproximadamente a 1350°C.
  - 15 3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, en donde en la etapa (a) el material cerámico de óxido se calienta con una tasa de calentamiento en el intervalo de 10 a 500 K/min, en particular de 50 a 250 K/min y preferiblemente de 100 a 200 K/min.
  4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, en donde el tratamiento térmico en la etapa (a) se efectúa a una presión inferior a 200 mbar, preferiblemente inferior a 100 mbar y particularmente preferido inferior a 50 mbar y en particular a una presión en el intervalo de 0,1 a 200 mbar, preferiblemente en el intervalo de 1 a 150 mbar y particularmente preferido en el intervalo de 50 a 100 mbar.
  - 20 5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, en donde en la etapa (b) el material cerámico de óxido (b1) se calienta opcionalmente de forma adicional y (b2) se mantiene a una temperatura preferiblemente constante en el intervalo de 1100 a 1600°C, en particular en el intervalo de 1300 a 1600°C y preferiblemente en el intervalo de 1350 a 1550°C y particularmente preferido a una temperatura de aproximadamente 1500°C y se sinteriza.
  - 25 6. Procedimiento según la reivindicación 5, en donde el mantenimiento en la etapa (b2) se efectúa durante 1 a 60 minutos, en particular 2 a 30 minutos, preferiblemente 3 a 15 minutos y particularmente preferido durante aproximadamente 5 minutos.
  - 30 7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, en donde el tratamiento térmico en la etapa (b) se efectúa a una presión superior a 500 mbar y en particular a presión ambiente.
  8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, en donde el tratamiento térmico en la etapa (b) se efectúa en aire, en aire enriquecido con oxígeno o en oxígeno.
  - 35 9. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, en donde una atmósfera que contiene oxígeno, preferiblemente aire, aire enriquecido con oxígeno u oxígeno, fluye a través de la cámara de calentamiento durante la etapa (b) de forma discontinua o preferiblemente de forma continua, en particular con un caudal de 0,1 a 50 l/min, preferiblemente de 1 a 20 l/min y particularmente preferido de 4 a 8 l/min.
  - 40 10. Procedimiento según una de las reivindicaciones 5 a 9, en donde en la etapa (a) el material cerámico de óxido se calienta a una temperatura que se encuentra de 0 a 500 K, en particular de 10 a 250 K, preferiblemente de 50 a 200 K y particularmente preferido de 100 a 150 K por debajo de la temperatura o del intervalo de temperatura en la que se mantiene el material cerámico de óxido en la etapa (b).
  - 45 11. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 10, en donde en la etapa (c) el material cerámico de óxido se enfría a una temperatura que se encuentra en el intervalo de 20 a 1300°C, en particular en el intervalo de 100 a 1250°C y preferiblemente en el intervalo de 1000 a 1200°C.
  12. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 11, en donde el material cerámico de óxido se basa en óxido de circonio y en particular en óxido de circonio tetragonal policristalino (TZP).
  13. Procedimiento según la reivindicación 12, en donde el óxido de circonio se estabiliza con Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CeO<sub>2</sub>, MgO y/o CaO y preferiblemente se estabiliza con 2 a 12% en moles, en particular 3 a 5% en moles, de esos óxidos, en relación con el contenido en óxido de circonio.

14. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 13, en donde el material cerámico de óxido está coloreado y comprende preferiblemente al menos dos capas que se diferencian en particular por su color.

5 15. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 14, en donde la restauración dental es un puente, una incrustación, una sobreincrustación, una corona, una carilla, una lámina o un pilar y comprende preferiblemente dos o más miembros.

16. Uso de un material cerámico de óxido para la producción de una restauración dental, en donde el material cerámico de óxido

(a) se somete a un primer tratamiento térmico,

(b) se somete a un segundo tratamiento térmico y

10 (c) se enfría,

en donde el tratamiento térmico en la etapa (a) se efectúa a una presión más baja que el tratamiento térmico en la etapa (b) y el tratamiento térmico en la etapa (b) se efectúa en una atmósfera que contiene oxígeno

y caracterizado por que

el tratamiento térmico de la etapa (a) se efectúa a una presión inferior a 200 mbar y/o

15 en la etapa (b) el material cerámico de óxido en una etapa (b1) se calienta opcionalmente de forma adicional y en una etapa (b2) se mantiene a una temperatura en el intervalo de 1100 a 1600°C y se sinteriza.