

(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS
ESPAÑA



(11) Número de publicación: **2 962 698**

(51) Int. Cl.:

B28B 3/02	(2006.01)	A61L 27/56	(2006.01)
B28B 3/08	(2006.01)	B30B 11/26	(2006.01)
B28B 3/10	(2006.01)	C04B 35/622	(2006.01)
B28B 11/24	(2006.01)	C04B 35/636	(2006.01)
B28B 13/02	(2006.01)		
B30B 11/06	(2006.01)		
B30B 15/30	(2006.01)		
A61L 27/46	(2006.01)		
B28B 17/00	(2006.01)		
C04B 35/447	(2006.01)		

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **04.12.2019 PCT/IB2019/060420**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **11.06.2020 WO20115668**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.12.2019 E 19845908 (3)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.08.2023 EP 3887110**

(54) Título: **Método de producción de un compuesto a base de cerámica**

(30) Prioridad:

04.12.2018 PL 42805218

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
20.03.2024

(73) Titular/es:

**MEDICAL INVENTI S.A. (100.0%)
ul. Naleczowska 14
20-701 Lublin, PL**

(72) Inventor/es:

**KUCZMASZEWSKI, JÓZEF;
ANASIEWICZ, KAMIL;
WŁODARCZYK, MACIEJ;
WARDA, TOMASZ;
BELCARZ, ANNA y
GINALSKA, GRAŻYNA**

(74) Agente/Representante:

RODES CASCALES, Inmaculada

ES 2 962 698 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Método de producción de un compuesto a base de cerámica

- 5 La invención se refiere a un método de producción de un compuesto a base de cerámica, especialmente HAp, para implantes.

Gránulos cerámicos de hidroxiapatita, HAp, o de fosfato tricálcico, TCP, se usan como materiales para implantes pero, debido a su fragilidad y escasa plasticidad, su aplicación en cirugía, especialmente oral y 10 facial, es limitada.

A partir de la descripción de patente DE2238265 se conoce una prensa que tiene fases que pueden ajustarse de manera independiente para fabricar un producto laminado de varias capas a partir de materiales en polvo. El número de estas fases depende del número de materiales en polvo usados. Cada 15 fase incluye un pistón cuya carrera está guiada y limitada por una porción cilíndrica de un pistón adyacente colocado debajo del primero. El punzón es accionado hidráulicamente y su posición es ajustable. La prensa está equipada con un alimentador.

Existen métodos conocidos para hacer que los materiales cerámicos mencionados anteriormente sean más 20 maleables mediante el uso de una suspensión acuosa de curdlan calentada a 40° C.

A partir de la patente polaca PL 212866 se conoce un método de producción de un compuesto bioactivo basado en biocerámicas de fosfato cálcico en forma de gránulos y que se mezcla con curdlan en proporciones de acuerdo con una fórmula específica y, a continuación, la mezcla se calienta a 25 temperaturas de 80-100 °C.

El documento US 2005/119761 A1 divulga un método de producción de un compuesto a base de cerámica de fosfato cálcico mezclada con curdlan, en donde se añade y se mezcla una suspensión acuosa que contiene β-1,3-glucano en forma de gránulos porosos hasta conseguir una homogeneidad óptima y, a 30 continuación, se procede a un moldeo preliminar, en donde el material, junto con el molde, se mantiene a temperaturas entre 80-100 °C y, a continuación, el producto acabado se retira del molde.

El objetivo de la invención es un método de producción de un compuesto a base de cerámica caracterizado por una alta resistencia mecánica.

35 Inesperadamente, se observó que reducir al mínimo la presencia de aire dentro de las estructuras del compuesto mejora significativamente su resistencia.

La presente invención se define mediante un método para producir un compuesto de fosfato cálcico a 40 base de cerámica, en donde a una suspensión acuosa, que contiene 76-175 gramos de β-1,3-glucano (en lo sucesivo denominado curdlan) por 1 litro de agua, se añade cerámica de fosfato cálcico en forma de gránulos porosos con un peso total de 300-800 g, favorablemente de 415 a 800 g, y se mezcla hasta conseguir una homogeneidad óptima y, a continuación, se lleva a cabo un moldeado preliminar por el que 45 se llena completamente una preforma de canal con el material y, a continuación, el material se lleva a un molde en el que cada porción se compacta por separado hasta conseguir una consistencia que contenga menos de un 15 % de aire y, tras una compactación precisa, se somete a un tratamiento térmico de 5-120 minutos a temperaturas comprendidas entre 80-100 °C, tras lo cual se retira del molde un producto acabado.

50 Favorablemente, los gránulos tienen tamaños de 0,1 a 0,9 mm y una porosidad abierta de un 50 % a un 70 %. La porosidad más favorable se sitúa entre un 60 % y un 70 %.

Favorablemente, antes del tratamiento térmico, el molde que contiene el material compactado se sella con una tapa o, de otro modo, se restringe la exposición al aire del material compactado usando otros medios.

Ejemplos

Ejemplo I

- 5 Se mezclaron 170 g de β -1,3-glucano con 1.000 ml de agua y, a continuación, se añadieron 350 g de gránulos de HAp cerámicos de fosfato cálcico con un diámetro de 0,3-0,4 mm y los ingredientes se mezclaron hasta lograr una consistencia homogénea. Del material resultante se tomó una muestra que tenía aproximadamente un volumen de 6,5 cm³, y la preforma de canal, con una capacidad de 5.550 mm³,
- 10 10 se llenó completamente con la misma. Se retiró el exceso de material restante. En la siguiente etapa, las porciones del material que tenían un volumen de aproximadamente 0,4 cm³ se alimentaron sucesivamente desde el canal a un molde que tenía un diámetro de 13 mm, y cada porción se compactó tres veces con una fuerza de 15 N. El producto semiacabado obtenido, que tenía un volumen de 4 cm³, se trató térmicamente durante 25 minutos a 98 °C y, a continuación, se dejó enfriar a temperatura ambiente y, a
- 15 15 continuación, se retiró del molde. Se concluye que el compuesto homogéneo así obtenido tenía una baja plasticidad y, durante una prueba de compresión, la muestra sufrió una deformación de un 18 % antes de su destrucción.
- El compuesto se dejó secar durante 12 horas a 40 °C. El volumen total de poros (contenido de aire) en la muestra seca del compuesto, medido con un método de microtomografía computarizada (con un valor umbral para la detección de poros de 15 μm), ascendió a un 6,74 % \pm un 1,15 %. Más del 90 % de todos los poros de la muestra eran de tipo cerrado.

Ejemplo II

- 25 Para la prueba se usaron 40 g de β -1,3-glucano mezclados con 500 ml de agua. Se añadieron 225 g de gránulos de TCP de cerámica de fosfato cálcico con diámetros de entre 0,4-0,6 mm a la suspensión acuosa y, a continuación, se mezclaron los componentes hasta obtener un material homogéneo.

Del material obtenido se tomó una muestra que tenía aproximadamente un volumen de 10 cm³ y se colocó en la preforma de canal, con una capacidad de 8.350 mm³, que se llenó completamente, y se retiró el exceso de material restante. En la siguiente etapa, porciones del material que tenían un volumen de aproximadamente 750 mm³ cada una se trajeron del canal a un molde con un diámetro de 15 mm, donde cada porción se compactó tres veces con una fuerza de 20 N. El producto obtenido, que tenía un volumen de 7 cm³, se trató térmicamente durante 20 minutos a 93 °C. El producto terminado, una vez enfriado y retirado posteriormente del molde, se examinó al microscopio y, durante este examen, no se observó ningún espacio vacío resultante del aire que quedaba en el producto semiacabado sometido al proceso de moldeo.

40 El volumen total de poros (contenido de aire) en la muestra seca del compuesto, medido con un método de microtomografía computarizada (con un valor umbral para la detección de poros de 15 μm), ascendió a un 7,24 % \pm un 1,11 %. Aproximadamente el 30 % de esos poros tienen diámetros entre 45-75 μm . No se detectaron poros con un diámetro superior a 0,3 mm, lo que indica una estructura altamente homogénea del producto y una alta eficacia del proceso de moldeo realizado por la máquina que se describe en este documento.

REIVINDICACIONES

1. Método de producción de un compuesto a base de cerámica de fosfato cálcico mezclada con curdlan, en donde a una suspensión acuosa que contiene 76-175 gramos de β -1,3-glucano por un litro de agua se añade cerámica de fosfato cálcico en forma de gránulos porosos con un peso total de 300-800 g, favorablemente de 415 a 800 g, y se mezclan hasta lograr una homogeneidad óptima y, a continuación, se procede a un moldeo preliminar en donde una preforma de canal se llena completamente con el material y, a continuación, el material se lleva a un molde en donde cada porción del material se compacta por separado hasta lograr una consistencia que contenga menos de un 15 % de aire y, tras una compactación precisa, el material, junto con el molde, se mantiene durante 5-120 minutos a temperaturas comprendidas entre 80-100 °C tras lo cual el producto acabado se retira del molde.
2. El método de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado por que** los gránulos tienen un diámetro de entre 0,1 y 0,9 mm y una relación de porosidad abierta de entre un 50 % y un 70 %.
3. El método de acuerdo con la reivindicación 2, **caracterizado por que** la porosidad de los gránulos está entre un 60 % y un 70 %.
4. El método de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado por que** el molde que contiene el material compactado, antes del tratamiento térmico, se tapa o, de forma alternativa, se restringe la exposición al aire del material compactado usando otros medios.