



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) **ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

(21)(22) Заявка: 2015112342, 12.09.2013

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
12.09.2013

Дата регистрации:
11.01.2017

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:
20.09.2012 EP 12185184.4

(43) Дата публикации заявки: 10.11.2016 Бюл. № 31

(45) Опубликовано: 20.01.2017 Бюл. № 2

(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на
национальной фазе: 20.04.2015

(86) Заявка РСТ:
US 2013/059357 (12.09.2013)

(87) Публикация заявки РСТ:
WO 2014/046949 (27.03.2014)

Адрес для переписки:
105215, Москва, а/я 26, Рыбиной Н.А., Н дела
заявителя или агента: 140.408RU1

(72) Автор(ы):

**ХЕРМАНН Андреас (DE),
ЯНС Михаэль (DE)**

(73) Патентообладатель(и):

**ЗМ ИННОВЕЙТИВ ПРОПЕРТИЗ
КОМПАНИ (US)**

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: EP 2500009 A1, 19.09.2012. CN
0102512256 A, 27.06.2012. WO 2012/021438 A1,
16.02.2012. RU 95102719 A, 10.10.1997. UA
29598 A, 15.11.2000.

(54) **ОКРАШИВАНИЕ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ**

(57) **Формула изобретения**

1. Набор компонентов для окрашивания и повышения светопрозрачности изделия на основе диоксида циркония, содержащий:

- окрашивающий раствор,
- пористое изделие на основе диоксида циркония, которое является предварительно спеченным,
- необязательно оборудование для нанесения, при этом окрашивающий раствор содержит
 - катион(ы) окрашивающего агент(ов) в количестве более чем приблизительно 0,05 моль/л окрашивающего раствора,
 - растворитель(и) для иона(ов),
 - необязательно комплексообразующий агент(ы),
 - необязательно загуститель(и),
 - необязательно органическое маркерное вещество(а), необязательно добавку(и), и

причем

вязкость окрашивающего раствора выбирают такой, чтобы достичь желаемое окрашивание изделия, и

рН окрашивающего раствора выбирают таким, чтобы обеспечить стабильность при хранении,

при этом пористое изделие на основе диоксида циркония демонстрирует изотерму типа IV адсорбции и десорбции N₂ в соответствии с классификацией Международного союза теоретической и прикладной химии (IUPAC) и поверхность по БЭТ от

приблизительно 10 до приблизительно 200 м²/г.

2. Набор по п. 1, отличающийся тем, что катион(ы) окрашивающего агента(ов) выбран из ионов Fe, Mn, Er, Pr, V, Cr, Co, Mo, Ce, Tb и их смесей.

3. Набор по п. 1, отличающийся тем, что пористое изделие на основе диоксида циркония характеризуется по меньшей мере одним из следующих признаков:

- демонстрирует кривую адсорбции и десорбции N₂ с петлей гистерезиса типа HI в соответствии с классификацией IUPAC;

- демонстрирует кривую адсорбции и десорбции N₂ с петлей гистерезиса в диапазоне р/р₀ от 0,70 до 0,95;

- средний диаметр соединяющихся пор: от приблизительно 10 до приблизительно 100 нм, или от приблизительно 10 до приблизительно 80 нм, или от приблизительно 10 до приблизительно 50 нм;

- средний размер зерен: менее чем приблизительно 100 нм;

- поверхность по БЭТ: от приблизительно 15 до приблизительно 100 м²/г или от приблизительно 16 до приблизительно 60 м²/г;

- биаксиальная прочность на изгиб: от приблизительно 10 до приблизительно 40 или от приблизительно 15 до приблизительно 30 МПа;

- x, y, z размер: по меньшей мере приблизительно 5 мм, или по меньшей мере приблизительно 10, или по меньшей мере приблизительно 20 мм;

- твердость по Виккерсу: от приблизительно 25 до приблизительно 150.

4. Набор по п. 3, отличающийся тем, что пористое изделие на основе диоксида циркония характеризуется, по меньшей мере, одним из следующих признаков:

- содержание ZrO₂: от приблизительно 70 до приблизительно 98 мол.%;

- содержание HfO₂: от приблизительно 0 до приблизительно 2 мол.%;

- содержание Y₂O₃: от приблизительно 1 до приблизительно 15 мол.%;

- содержание Al₂O₃: от приблизительно 0 до приблизительно 1 мол.%.

5. Набор по п. 1, отличающийся тем, что пористое изделие на основе диоксида циркония получено путем термической обработки аэрогеля на основе диоксида циркония.

6. Набор по п. 1, отличающийся тем, что окрашивающий раствор характеризуется по меньшей мере одним из следующих признаков:

- катион(ы) окрашивающего агента(ов) присутствует в количестве от приблизительно 0,05 до приблизительно 5 моль/л растворителя,

- комплексообразующий агент(ы) присутствует в количестве от приблизительно 0 до приблизительно 3 моль/л растворителя,

- загуститель(и) присутствует в количестве от приблизительно 0 до приблизительно 0,1 мас.%, относительно массы всей композиции,

- органическое маркерное вещество(а) присутствует в количестве от приблизительно 0 до приблизительно 5 мас.%, относительно массы всей композиции,

- добавка(и) присутствует в количестве от приблизительно 0 до приблизительно 5

мас.%, относительно массы всей композиции.

7. Набор по п. 1, отличающийся тем, что раствор характеризуется по меньшей мере одним из следующих признаков:

- растворитель(и) выбран(ы) из воды, спиртов, кетонов и их смесей,
- если присутствует, комплексообразующий агент(ы) выбран из ацетилацетоната, краун-эфиров, криптанов, этилендиаминтриацетата и его солей, этилендиаминтетраацетата и его солей, нитрилотриацетата и его солей, лимонной кислоты и ее солей, триэтилентетрамина, порфина, полиакрилата, полиаспарагата, кислых пептидов, фталоцианина, салицилата, глицината, лактата, пропилендиамина, аскорбата, щавелевой кислоты и ее солей и их смесей;
- если присутствует, загуститель(и) выбран из полиола(ов), гликолевого эфира(ов), ди- и многоатомного спирта(ов), глицеринового эфира, полисахарида(ов), ксантановой камеди, метилцеллюлозы и их смесей;
- если присутствует, органическое маркерное вещество(а) выбрано из пищевых красителей и их смесей;
- если присутствует, добавка(и) выбрана из буфера(ов), консерванта(ов), стабилизатора(ов) и их смесей.

8. Набор по п. 1, отличающийся тем, что окрашивающий раствор характеризуется по меньшей мере одним из следующих признаков:

- имеет значение pH в диапазоне от 0 до 9;
- вязкость: от приблизительно 1 до приблизительно 10000 мПа·с;
- поглощение света в диапазоне: от приблизительно 380 до приблизительно 740 нм;
- демонстрирует коэффициент контрастности пропускания менее чем приблизительно 90%;
- является окрашенным;
- является стабильным при хранении.

9. Набор по п. 1, отличающийся тем, что окрашивающий раствор не содержит по меньшей мере один из следующих компонентов:

- неокрашивающие ионы, выбранные из ионов Y, Gd, La, Yb, Tm, Mg, Ca и их смеси в количестве более чем приблизительно 0,2 моль/л окрашивающего раствора,
- твердые частицы, выпадающие в осадок из раствора при хранении в течение более чем приблизительно 2 часов.

10. Способ окрашивания и повышения светопрозрачности изделия на основе диоксида циркония, при этом способ включает стадии, на которых обеспечивают пористое изделие на основе диоксида циркония, как описано в любом из предыдущих пунктов, и окрашивающий раствор, как описано в любом из предыдущих пунктов,

- наносят окрашивающий раствор, по меньшей мере, на часть внешней поверхности пористого изделия на основе диоксида циркония,
- необязательно высушивают пористое изделие на основе диоксида циркония с предыдущей стадии,
- спекают пористое изделие на основе диоксида циркония с получением, по меньшей мере, частично окрашенного и, по меньшей мере, частично светопрозрачного керамического изделия на основе диоксида циркония.

11. Окрашенное керамическое изделие на основе диоксида циркония, полученное в соответствии со способом по п. 10.

12. Окрашенное керамическое изделие на основе диоксида циркония по п. 11, отличающееся тем, что керамическое изделие на основе диоксида циркония имеет форму стоматологического керамического изделия.

13. Окрашенное керамическое изделие на основе диоксида циркония по п. 12, отличающееся тем, что стоматологическое керамическое изделие имеет форму коронки,

моста, вкладки, накладки, винира, внешней отделки, основы коронки, каркаса коронки и моста, имплантата, абатмента, ортодонтического аппарата, стоматологической заготовки и их частей.

14. Окрашенное керамическое изделие на основе диоксида циркония по п. 13, отличающееся тем, что окрашенное керамическое изделие на основе диоксида циркония имеет по меньшей мере две области А и В, причем область А была обработана раствором, охарактеризованным в любом из пп. 1-9, а область В не была обработана раствором, охарактеризованным в любом из пп. 1-9.

15. Применение окрашивающего раствора, охарактеризованного в п. 1, для, по меньшей мере, частичного окрашивания и, по меньшей мере, частичного повышения светопропускаемости изделия на основе диоксида циркония, при этом изделие на основе диоксида циркония характеризуется следующими признаками перед спеканием:

- демонстрирует изотерму типа IV адсорбции N₂ в соответствии с классификацией IUPAC,

- демонстрирует адсорбцию N₂ с петлей гистерезиса типа H_I в соответствии с классификацией IUPAC, особенно в диапазоне p/p_0 от 0,70 до 0,95,

- средний диаметр соединяющихся пор: от приблизительно 10 до приблизительно 100,

- средний размер зерен: менее чем приблизительно 100 нм,

- поверхность по БЭТ: от приблизительно 10 до приблизительно 200 м²/г, или от приблизительно 15 до приблизительно 100 м²/г, или от приблизительно 16 до приблизительно 60 м²/г,

- биаксиальная прочность на изгиб: от приблизительно 10 до приблизительно 40 МПа,

- x, y, z размер: по меньшей мере приблизительно 5 мм,

- твердость по Виккерсу: от приблизительно 25 до приблизительно 150,

- плотность: от приблизительно 40% до приблизительно 60% от теоретической плотности.