

414007

F.C. 17-V-75

P.- 54.502

4646-II-868



MEMORIA DESCRIPTIVA

Int. Cl. <sup>2</sup> : <u>L08G / A61K</u>
--

para solicitar PATENTE DE INVENCION por VEINTE años

a nombre de TEMMLER & CO. INHABER KUHN-TEMMLER & CO

entidad suiza

con domicilio en Gartenstrasse 85, 4002 Basilea, Suiza

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA PASTA DE  
IMPRESION ELASTOMERA ENDURECIBLE EN FRIO, EN ESPECIAL  
PARA FINES ODONTOLOGICOS"

(Clase Internacional A61c)

29.7.73

- 1 -

414807



Para la realización de trabajos protésicos se necesita un modelo, que se obtiene de la siguiente forma: el dentista introduce en la boca del paciente una cuchara de impresión llena con una pasta de impresión blanda y la extrae de nuevo después de que se ha efectuado la impresión y después del endurecimiento de la pasta de impresión. Luego el hueco de la impresión se llena por colada a continuación con una masa de modelado. Después del endurecimiento de la masa de modelado, se desprende la cuchara de impresión con la pasta de impresión y con ello se obtiene el modelo, sobre el que se realizan los trabajos protésicos.

Adaptándose a la multiplicidad de trabajos protésicos a realizar hay numerosos métodos de impresión, materiales de impresión y materiales de modelado. Así, junto a las llamadas impresiones Stent a base de masas termoplásticas, se conocen las pastas de impresión de alginatos y las impresiones mediante el empleo de siliconas. Tales masas de modelado de silicona constan, por ejemplo, de las llamadas pastas de base, de polimetil-siloxanos, eventualmente de un plastificante así como de materiales de carga y colorantes, y de un endurecedor a base de dilaurato o dioctoato de dibutil-estaño y de poli(silicato de metilo o de etilo) respectivamente.

414807



Frente a las pastas de impresión conocidas, que salvo por algunas propiedades aún defectuosas ya proporcionan buenos resultados de impresión, es el objeto de la invención proporcionar una pasta de impresión elastómera endurecible en frío, cuyas propiedades especiales son las siguientes:

- 1ª. Afinidad por la escayola en el sentido de una buena reproducción de los detalles en el modelo de escayola,
- 2ª un buen comportamiento de fluidez mantenido durante un tiempo suficientemente largo y por consiguiente una elevada precisión de la reproducción del modelo en relieve,
- 3ª una contracción escasa, apenas apreciable en la práctica, durante la operación de reticulación con formación paulatina de una rigidez interna elevada, que permanece igualmente durante largo tiempo,
- 4ª un endurecimiento que se inicia lentamente a temperatura ambiente, pero que se produce rápidamente a 37°C,
- 5ª buen alargamiento y buena resistencia a tracción regulables a voluntad,
- 6ª reducida tensión interfacial frente a medios húmedos y por consiguiente simplifica-

414807



- ción de la reproducción del relieve de los  
dientes y de las mucosas,
- 5           7ª una dureza Shore baja al principio, en el  
momento de la extracción, y una dureza Sho-  
re alta en el momento posterior de la obten-  
ción del modelo de escayola. De este modo,  
por una parte, para el paciente resulta la  
posibilidad de sacar la impresión sin peli-  
gro y, por otra, la de la fiel reproducción  
10 del modelo de escayola debido a la elevada dure-  
za Shore final,
- 8ª olor y gusto apenas apreciables, más bien  
agradables, de la mezcla recién preparada de  
las pastas de impresión,
- 15           9ª buena compatibilidad con las mucosas, que  
permite sin dificultad la toma de varias im-  
presiones en una hora,
- 10ª el reticulante y el acelerante se presentan  
juntos en una mezcla endurecedora,
- 20           11ª se forman residuos blandos de hidrólisis de  
las masas endurecedoras cuando éstas está  
largo tiempo en contacto con el aire en un  
envase (tubo, bote) sin cerrar, con lo que la  
abertura de vaciado se puede limpiar de nue-  
25 vo con facilidad,

414807



- 5
- 12<sup>a</sup> una proporción de mezcla favorable entre la pasta de base y la masa endurecedora, con lo que se facilita mucho el amasado rápido pero homogéneo de la pasta de impresión con una espátula, y se evitan errores considerables en las proporciones de la mezcla,
- 10
- 13<sup>a</sup> la mezcla es inicialmente de viscosidad baja y por consiguiente se facilita mucho la operación de mezclado,
- 15
- 14<sup>a</sup> la consistencia pastosa fácilmente alcanzable del endurecedor y su baja viscosidad permiten el empleo de aparatos sencillos de dosificación y de mezclado para la preparación de la pasta de impresión,
- 20
- 15<sup>a</sup> varias capas de la pasta de impresión, en el sentido de una impresión odontológica doble endurecidas una sobre otra, se adhieren bien entre sí,
- 25
- 16<sup>a</sup> el carácter propio del endurecedor permite obtener pastas de impresión con deformación remanente especialmente baja,
- 17<sup>a</sup> cuando se desea un fraguado acelerado se puede elevar la cantidad de endurecedor en los límites de unión, sin que por ello se pro-

414807



porcionen propiedades desfavorables a la pasta de impresión, como por ejemplo, mayor dureza Shore, fragilidad y similares.

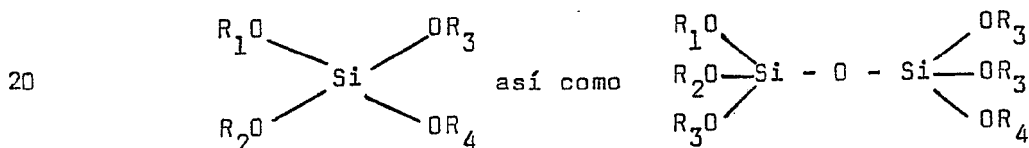
5 Se obtienen pastas de impresión elastó-  
meras endurecibles en frío, en especial para fines  
odontológicos, con las propiedades antes enumeradas,  
si de acuerdo con la invención se hacen reaccionar  
preferentemente polidimetil-siloxanos con un endure-  
cedor, que consiste en un acelerante del tipo de un  
10 derivado orgánico del estaño, por ejemplo dilaurato  
de dibutil-estaño, y en un reticulante, que consta  
de silicatos mixtos orgánicos con grupos poli-éter-  
-éster de cadena larga, derivados de alcoholes mono-  
valentes, y grupos alcoxi de cadena corta, por ejem-  
15 plo, trietoxi-butoxi-polietoxi-siloxano.

Sorprendentemente se ha demostrado que  
las pastas de impresión así obtenidas son utiliza-  
bles de un modo sobresaliente en la práctica y son  
de utilización económica. Esto no podía ser previsto,  
20 porque el influjo de grupos poliéter de cadena lar-  
ga sobre el resto de los ligandos en la molécula de  
silicato del reticulante es de ordinario considera-  
ble y podría retrasar la velocidad del endurecimien-  
to. Además había que contar con la disociación per-  
25 turbadora del éter-alcohol polímero.

414807



5 Como polisiloxanos con naturaleza bifun-  
cional se pueden emplear poli-dimetil-siloxanos, así  
como también poli-difenil- y poli-dietil-siloxanos,  
para la preparación de pastas de impresión elastóme-  
ras endurecibles en frío. Como derivados orgánicos  
del estaño pueden encontrar utilización el dilaura-  
to de dibutil-estaño o el correspondiente dioctoato.  
El reticulante se deriva por una parte de un silicato  
orgánico, tal como silicato de tetraetilo, polimeto-  
10 xi-siloxano o silicatos mixtos, y de otra parte de  
éter-alcoholes monovalentes, de alto peso molecular,  
como por ejemplo etoxi-polietilén-glicoles o etoxi-  
-polipropilén-glicoles, como productos de partida.  
La estructura de los silicatos orgánicos reivindica-  
15 dos se puede deducir de las siguientes fórmulas ge-  
nerales:



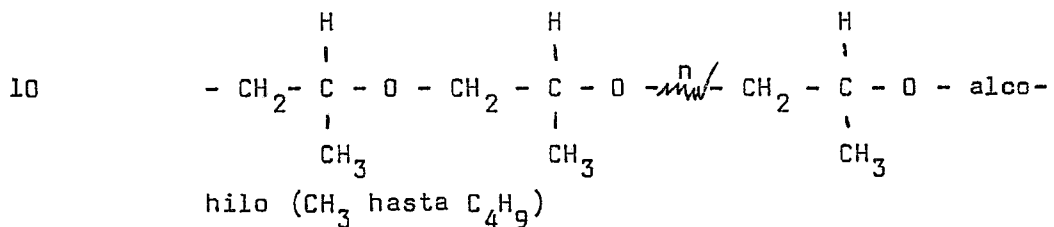
25



$R_1, R_2, R_3$  pueden ser grupos metilo y/o etilo.

$R_3$  y  $R_4$  pueden ser, por ejemplo:  $-\text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{O} - \overset{n}{\text{---}}$   
 $-\text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{O} - \text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{O} - \text{alcohilo (CH}_3 \text{ hasta C}_4\text{H}_9\text{) o}$

5



15

El endurecedor empleado para las pastas de impresión elastoméricas endurecibles en frío se caracteriza porque un silicato de bajo peso molecular se transforma en un éster mixto por transesterificación parcial, por métodos conocidos, con utilización de catalizadores conocidos, con un poli-éter-alcohol monovalente de alto peso molecular, el cual éster mixto se transforma al estado listo para su empleo por adición del acelerante, por ejemplo, el dilaura-

20

25

414807



to de dibutil-estaño. Este endurecedor puede ser mezclado con componentes reforzantes de tipo conocido, que le confieren una consistencia pastosa.

5 Según una característica adicional de la invención existe también la posibilidad de mezclar tetracloruro de silicio con una mezcla de alcoholes de bajo peso molecular y de poli-éter-alcoholes de alto peso molecular.

10 Los siguientes ejemplos ilustran la producción de pastas de impresión elastoméricas endurecibles en frío.

#### Ejemplo 1

##### Preparación del endurecedor

15 660 g de un poli-alcoholilén-glicol-butil-éter monofuncional con un índice de OH de 41 se deshidrata por eliminación de gases mediante calentamiento a 0,1 Torr. Se obtiene una suspensión de silicatos potásicos a partir de 3 g de hidróxido potásico disueltos en 200 g de metanol anhidro y 2,500 kg de silicato de tetrametilo, con calentamiento. A esta suspensión se añade el poliéter desgasificado y la mezcla se calienta a reflujo durante una hora. Después se separa el metanol por destilación en una columna con buen poder de separación hasta que se termina la transesterificación. Después del

20

25

414807



enfriamiento se puede separar el sedimento por cen-  
trifugación. Luego se separa totalmente el exceso de  
silicato de tetrametilo del residuo por destilación  
en vacío con agitación constante. En esta operación  
5 la temperatura debe mantenerse lo más baja posible.  
Se obtiene un residuo espeso de color amarillo oscu-  
ro. Según las propiedades del endurecedor, el resi-  
duo se mezcla con cantidades variables - por ejemplo  
0,5 % - de dilaurato de dibutil-estaño y de esta for-  
ma queda listo para su empleo. Por adición de unas  
10 pocas unidades por ciento de, por ejemplo, silicato  
de tetraetilo o de poli(silicatos de metilo) se pue-  
den modificar adicionalmente las propiedades del en-  
durecedor.

15

#### Ejemplo II

Preparación de pastas de impresión endu-  
recibles en frío

- 20 a) 10 g de una pasta formada por 35 % de  
un poli-dimetil-siloxano con una vis-  
cosidad de 20.000 cp y 65 % de polvo  
de cuarzo se amasan con una espátula con  
0,8 g de un endurecedor, que se había  
preparado en la forma descrita. El pro-  
25 ducto se vulcaniza en corto tiempo, tie

414807



ne propiedades elásticas y una dureza Shore elevada.

- 5
- b) 10 g de una pasta formada por 35 % de un poli-dimetil-siloxano con una viscosidad de 12.000 cp y polvo de escayola se amasan con una espátula con 0,8 g de un endurecedor como se ha descrito anteriormente. El vulcanizado tiene propiedades elásticas, y su dureza Shore es de 35 aproximadamente.
- 10
- c) 10 g de una pasta formada por 35 % de un poli-dimetil-siloxano con una viscosidad de 12.000 cp y polvo de cuarzo se mezclan con 0,8 g del endurecedor. Al término de la vulcanización, el vulcanizado elástico tiene una dureza Shore de 58.
- 15
- d) Si se emplea la misma mezcla de pastas como en el ejemplo c) con 1,0 g de endurecedor, la dureza Shore es de 57.
- 20
- e) Si se emplea la misma mezcla de pastas con 0,6 g de endurecedor, el vulcanizado tiene una dureza Shore de 59
- 25
- f) 10 g de una pasta de polvo de cuarzo, que contiene 6 % de poli-dimetil-siloxano de 12.000 cp y 29 % de poli-dimetil-siloxano

414807



5 de 1.000 cp, se mezclan con una espá-  
tula en la forma usual con un total de  
0,8 g de endurecedor, al que previamente  
se le había añadido 3 % de silicato de  
10 tetraetilo y 2 % de poli(silicato de me-  
tilo). 10 minutos después de terminada  
la vulcanización, el elastómero tiene  
una dureza Shore de 48, después de 16 ho-  
ras a temperatura ambiente ha adquirido  
una dureza Shore de 57. Si en lugar se  
0,8 g en total de la mezcla de endurece-  
dor se mezclan 0,6 g, después de 10 mi-  
15 nutos de vulcanización se mide una dure-  
za Shore de 47, y después de 16 horas  
la dureza Shore ha subido al valor cons-  
tante de 55.

20 La presente solicitud, que corresponde  
a la presentada en la República Federal Alemana, el 17 de  
Mayo de 1972, bajo el Nº P 22 23 937.8 se acoge a los be-  
neficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Pro-  
piedad Industrial.

25

28.7.73

414807



REIVINDICACIONES

5

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

10

1ª.- Un procedimiento para la preparación de una pasta de impresión elastómera endurecible en frío, en especial para fines odontológicos, caracterizado porque se prepara un producto formado por poli-siloxanos bifuncionales y un endurecedor, que se ha preparado a partir de un acelerante del tipo de un derivado orgánico del estaño y de un reticulante, que consta de silicatos mixtos orgánicos con grupos poli-éter-éster de cadena larga, derivados de alcoholes monovalentes, y con grupos alcoxi de cadena corta.

15

20

2ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque se emplea un silicato orgánico derivado de éter-alcoholes monovalentes de alto peso molecular y de alcoholes de bajo peso molecular.

25

3ª.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizado porque se reticulan al

414807

70



mismo tiempo los componentes de alto peso molecular con enlaces de silicato.

5 4ª.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1ª a 3ª, caracterizado porque a los polisiloxanos, de la mezcla y/o al endurecedor se añaden materiales de carga y/o colorantes.

10 5ª.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1ª a 4ª, caracterizado porque como poli-siloxanos bifuncionales se emplean poli-dimetil-siloxanos, poli-difenil- o poli-distil-siloxanos.

15 6ª.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1ª a 5ª, caracterizado porque como derivado orgánico del estaño se emplean el dilaurato de dibutil-estaño o similares, el correspondiente dioctoato u otras sustancias organometálicas como acelerantes.

20 7ª.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1ª a 6ª, caracterizado porque se emplean di- o trietoxi-, el di- o trimetoxi-alcoxi-polietoxi-siloxanos y sus derivados.

25 8ª.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1ª a 7ª, caracterizado porque se emplea un endurecedor, que por transesterificación parcial de un silicato de bajo peso molecular, empleando catalizadores conocidos, con un poliéter-alcohol monovalente puede ser transformado en un éster mixto, que por adición del aceleran-

414807



te se lleva al estado listo para su empleo.

5 9ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque se emplea un producto de reacción de tetracloruro de silicio con una mezcla de alcoholes de bajo peso molecular y de poliéter-alcoholes de alto peso molecular.

10 10ª.- Un procedimiento para la preparación de una pasta de impresión elastómera endurecible en frío, en especial para fines odontológicos.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de quince hojas escritas a máquina por una sola cara.

15 Madrid, 10 AGO 1973  
P.A.

*[Handwritten signature]*

15

20

25

*[Handwritten mark]*

28.7.73

- 15 -

EAS.-