

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 958 908**

21 Número de solicitud: 202230666

51 Int. Cl.:

**A61C 8/00** (2006.01)

**A61C 13/00** (2006.01)

**A61C 8/00** (2006.01)

12

## SOLICITUD DE PATENTE

A1

22 Fecha de presentación:

**20.07.2022**

43 Fecha de publicación de la solicitud:

**16.02.2024**

71 Solicitantes:

**UNIVERSIDAD DE SEVILLA (100.0%)  
Pabellon de Brasil - Pº de las Delicias, s/n  
41013 Sevilla (Sevilla) ES**

72 Inventor/es:

**RODRÍGUEZ ORTIZ, José Antonio;  
TORRES HERNÁNDEZ, Yadir;  
TRUEBA MUÑOZ, Paloma;  
ALCUDIA CRUZ, Ana;  
BEGINES RUIZ, Belén;  
RODRÍGUEZ ALBELO, Luisa Marleny y  
JARAMILLO PAREJA, Juan Manuel**

74 Agente/Representante:

**PONS ARIÑO, Ángel**

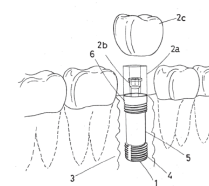
54 Título: **Implante dental y su procedimiento de fabricación**

57 Resumen:

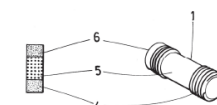
Implante dental y su procedimiento de fabricación La presente invención se refiere al implante dental que comprende tres zonas diferenciadas de distinta composición química, de distinta porosidad y distinto acabado superficial, que se puede utilizar para la reposición dental. Además, la presente invención se refiere al procedimiento pulvimetalúrgico para fabricar dicho implante dental que comprende etapas de prensado en molde, eliminación de espaciador, sinterizado, micromecanizado y modificación superficial de las distintas zonas. Por tanto, la presente invención se encuadra en el área de la Ciencia e Ingeniería de Materiales y es de interés fundamentalmente para el sector odontológico, aunque también para la industria pulvimetalúrgica, en aras de fabricar productos con un mayor valor añadido.

Fig. 1

a)



b)



## DESCRIPCIÓN

**Implante dental y su procedimiento de fabricación**

5 La presente invención se refiere al implante dental que comprende tres zonas diferenciadas de distinta composición química, de distinta porosidad y distinto acabado superficial, que se puede utilizar para la reposición dental. Además, la presente invención se refiere al procedimiento pulvimetalúrgico para fabricar dicho implante dental que comprende etapas de prensado en molde, eliminación de espaciador, 10 sinterizado, micromecanizado y modificación superficial de las distintas zonas.

Por tanto, la presente invención se encuadra en el área de la Ciencia e Ingeniería de Materiales y es de interés fundamentalmente para el sector odontológico, aunque también para la industria pulvimetalúrgica, en aras de fabricar productos con un mayor 15 valor añadido.

**ANTECEDENTES DE LA INVENCION**

Los tejidos óseos presentan una estructura porosa jerarquizada y su sustitución es muy habitual en la práctica clínica, entre otros casos en implantología dental, debido a enfermedades congénitas, degenerativas, fracturas, resecciones tumorales o razones estéticas (C. Ning, L. Zhou and G. Tan, *Materials Today*, 19(1) (2016) 2-3). La reparación dental incluye el uso de implantes sintéticos, destacando entre los biomateriales metálicos el titanio comercialmente puro (c.p. Ti) y la aleación Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V (P. Norwsky, D. Bumgardner, J. Biomedical Mat. Research, 2009; M. Navarro, A. Michiardi, O. Castaño, J.A. Planell, J. of the Royal Society Interface 5 (2008) 1137-1158; V. Goriainov, R. Cook, J. M. Latham, D. G. Dunlop and R. O. C. Oreffo, *Acta Biomaterialia*, 10(10) (2014) 4043–4057; E.J. Tobin, *Advanced Drug Delivery Reviews*, 112 (2017) 88–100). A pesar de sus excelentes resultados, existen algunos problemas reconocidos que comprometen su 30 fiabilidad:

- Apantallamiento de tensiones (diferencia notable en la rigidez entre el implante y el hueso cortical, 100-110 GPa frente a 20-25 GPa, respectivamente) que provoca la reabsorción ósea (pérdida de densidad) y el aumento del riesgo de fractura del hueso adyacente al implante.
- Fallos por fatiga mecánica debidos a unas características inadecuadas del 35

material o del diseño del implante, así como el uso de cargas prematuras o excesivas.

- Problemas relacionados con la intercara implante/hueso, que inhiben la formación de tejido óseo nuevo: a) pobre osteointegración de los implantes de titanio, se generan micro-movimientos relativos y un aflojamiento del implante a medio y largo plazo, y b) infecciones, adhesión y proliferación de bacterias, durante las intervenciones, postoperatorio y servicio del implante.

En este contexto, el equilibrio entre el comportamiento biomecánico y biofuncional de los implantes dentales sigue siendo un enorme desafío para el sector biomédico. Es ampliamente reconocido por la comunidad científico-técnica, el uso de materiales porosos (*WO2015054101A*, *EP3034033A*, *US2010081109A1*, *EP3034033A*) para solventar el desajuste en rigidez entre el implante y el tejido óseo que pretende sustituir. Sin embargo, es muy importante el control de la porosidad en términos de contenido, tamaño, morfología y distribución (homogénea o gradiente), que garantice la resistencia mecánica, a fatiga y desgaste, a la corrosión, así como que permita el crecimiento del hueso hacia el interior y/o infiltración de los recubrimientos superficiales, inhibiendo la adhesión y la proliferación de bacterias en la superficie de los implantes.

Por tanto, es necesario desarrollar nuevos implantes dentales y/o nuevos procedimientos de producción de implantes dentales con prestaciones mejoradas.

## DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

La presente invención se refiere al implante dental que comprende tres zonas diferenciadas de distinta composición química, distinta porosidad (porosidad longitudinal controlada) y distinto acabado superficial, que se puede utilizar para la reposición dental.

En el caso de la reposición dental con implantes, éstos fallan durante su vida en servicio, debido a varios problemas que pueden coexistir:

- reabsorción ósea y el aumento de la probabilidad de fractura del hueso receptor provocada por la diferencia de rigidez entre el implante dental y el hueso cortical,
- fallos por fatiga mecánica (material, tamaño y/o diseño geométrico inadecuado; cargas prematuras o excesivas en el implante; uso de criterios de tolerancia al daño en vez de los de prevención, recomendados para este tipo de aplicación),

- y aflojamiento del implante, provocada por una mala osteointegración (rugosidad superficial inadecuada, nula o pobre bioactividad e infecciones bacterianas que inhiben la formación de hueso nuevo).

5 Además, la presente invención se refiere a un procedimiento pulvimetalúrgico para la fabricación del implante dental de la invención, que es económico y fácilmente reproducible y que comprende etapas de

- Fabricación de una preforma cilíndrica en verde con tres zonas de composición diferenciadas que utiliza espaciadores para aportar porosidad longitudinal controlada y que comprende además una etapa de eliminación de dichos espaciadores
- Sinterizado de la preforma cilíndrica
- Micronizado de la preforma cilíndrica
- Modificación de la superficie de la superficie de las distintas zonas.

15

Por tanto, en un primer aspecto, la presente invención se refiere a un implante dental (a partir de aquí el implante dental de la invención) con una geometría cilíndrica de diámetro de entre 3 mm y 8 mm que comprende:

- una primera zona o zona apical en forma de rosca exterior de unión configurada para unirse al hueso de la cavidad bucal (3), garantizar la integración del implante durante su atornillado y favorecer su osteointegración, compuesta por Ti, Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V o Ti<sub>35</sub>Nb<sub>7</sub>Zr<sub>5</sub>Ta, y con rugosidad superficial S<sub>q</sub> entre 0,9 nm y 1 nm, entre 10 μm y 20 μm o entre 1 μm y 2 μm,
- una segunda zona, zona central o cuerpo, con una porosidad en una proporción de entre 30 % v/v y 50 % v/v, situada sobre la primera zona o zona apical, con una distribución homogénea de poros interconectados y un tamaño de poros de entre 100 μm y 200 μm de diámetro, donde dicha segunda zona, zona central o cuerpo está compuesta por Ti, Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V o Ti<sub>35</sub>Nb<sub>7</sub>Zr<sub>5</sub>Ta, y donde los poros están rellenos por matrices poliméricas biodegradables seleccionadas de entre policaprolactona, polivinilalcohol, quitosano, poliacrilatos o poliacrilamidas, y donde dichas matrices poliméricas biodegradables comprenden nanopartículas de Ag, hidroxiapatita, vidrio bioactivo, o cualquier combinación de las mismas,
- una tercera zona, cabeza o módulo de cresta en forma de rosca exterior de unión configurada para unirse al hueso de la cavidad bucal (3), resistir las cargas de masticación y evitar la adhesión de bacterias perjudiciales, y compuesta por

35

Ti,  $Ti_6Al_4V$  o  $Ti_{35}Nb_7Zr_5Ta$ , situada sobre la segunda zona, zona central o cuerpo, donde la superficie de dicha tercera zona comprende nanopartículas antimicrobianas de tamaño de entre 10 nm y 50 nm distribuidas homogéneamente por toda la superficie, seleccionadas de entre Au, Ag, óxido de grafeno y cualquier combinación de las mismas, y

5 - un pilar protésico fijado con un tornillo situado sobre la tercera zona, cabeza o módulo de cresta y configurado para acoplar una corona artificial,

donde la primera zona o zona apical y la tercera zona, cabeza o módulo de cresta ocupan el mismo volumen en el implante dental y donde el volumen de la segunda zona,

10 zona central o cuerpo es el doble del volumen de la primera zona o zona apical o de la tercera zona, cabeza o módulo de cresta.

En la presente invención, el término “rugosidad superficial  $S_q$ ” se refiere al conjunto de irregularidades que posee una superficie equivalente a la desviación estándar de la

15 distribución de la altura. En la presente invención la rugosidad superficial  $S_q$  se determina mediante microscopía electrónica de barrido y/o microscopía confocal.

La primera zona o zona apical del implante dental está compuesta por Ti,  $Ti_6Al_4V$  o  $Ti_{35}Nb_7Zr_5Ta$ . Dicha primera zona o zona apical está mecanizada en forma de rosca

20 externa de unión y está configurada para unirse al hueso de la cavidad bucal. Además, la superficie rugosa de dicha primera zona con rugosidad superficial  $S_q$  entre 0,9 nm y 1 nm, entre 10  $\mu m$  y 20  $\mu m$  o entre 1  $\mu m$  y 2  $\mu m$ , está procesada mediante irradiación con iones argón, tratamiento químico o láser femtosegundo para modificar su rugosidad superficial garantizando la integridad del implante durante su implantación (atornillado)

25 y favoreciendo la posterior osteointegración.

En una realización preferente del implante de la presente invención, la primera zona o zona apical es procesada mediante irradiación de iones argón y tiene una rugosidad superficial  $S_q$  de entre 0,9 nm y 1 nm.

30

En otra realización preferente del implante de la presente invención la primera zona o zona apical es procesada mediante tratamiento químico y tiene una rugosidad superficial  $S_q$  de entre 10  $\mu m$  y 20  $\mu m$ .

35 En otra realización preferente del implante de la presente invención la primera zona o

zona apical es procesada mediante irradiación con láser de femtosegundo y tiene una rugosidad superficial  $S_q$  de entre 1  $\mu\text{m}$  y 2  $\mu\text{m}$ .

En otra realización preferente del implante dental de la presente invención la primera  
5 zona o zona apical tiene una estructura de superficie con

- ondulaciones que tienen crestas de igual o distinta altura y valles de igual o distinta profundidad y donde la distancia entre dos crestas adyacentes o dos valles adyacentes es igual o distinta,
- columnas de igual o distinto diámetro y distinta o igual altura, donde dichas  
10 columnas se separan entre sí con una distancia adyacente igual o distinta,
- surcos o agujeros de distinta profundidad que se separan entre sí con una distancia adyacente igual o distinta,
- y cualquier combinación de los mismos.

generando patrones de rugosidad superficial que combinan niveles micro y nanométrico  
15 que favorecen la osteointegración del implante de la presente invención.

La segunda zona, zona central o cuerpo está situada sobre la primera zona o zona apical y está compuesta por Ti,  $\text{Ti}_6\text{Al}_4\text{V}$  o  $\text{Ti}_{35}\text{Nb}_7\text{Zr}_5\text{Ta}$ . Presenta una porosidad en una proporción de entre 30 % v/v y 50 % v/v, con una distribución homogénea de poros  
20 interconectados y un tamaño de poros de entre 100  $\mu\text{m}$  y 200  $\mu\text{m}$  de diámetro dichos parámetros determinados mediante una técnica de análisis de imagen automática o por microtomografía. En dicha segunda zona los poros están rellenos por matrices poliméricas biodegradables seleccionadas de entre policaprolactona, polivinilalcohol, quitosano, poliácridatos o poliácridamidas y dichas matrices poliméricas comprenden  
25 aditivos que aportan propiedades bioactivas para mejorar el crecimiento del hueso y/o propiedades antibacterianas tales como nanopartículas de Ag, hidroxiapatita, vidrio bioactivo, o cualquiera combinación de las mismas.

En la presente invención la porosidad se determina mediante el método de Arquímedes  
30 y por microtomografía computerizada (Micro CT).

La tercera zona, cabeza o módulo de cresta está compuesta por Ti,  $\text{Ti}_6\text{Al}_4\text{V}$  o  $\text{Ti}_{35}\text{Nb}_7\text{Zr}_5\text{Ta}$ . Además, la superficie de dicha tercera zona, cabeza o módulo de cresta comprende nanopartículas antimicrobianas de tamaño de entre 10 nm y 50 nm  
35 distribuidas homogéneamente por toda la superficie, seleccionadas de entre Au, Ag,

óxido de grafeno y cualquier combinación de las mismas y por tanto configurada para evitar la adhesión de bacterias perjudiciales Dicha tercera zona, cabeza o módulo de cresta está mecanizada en forma de rosca exterior de unión y por tanto configurada para unirse al hueso de la cavidad bucal y resistir las cargas de masticación.

5

El pilar protésico fijado con un tornillo está situado sobre la tercera zona, cabeza o módulo de cresta y está configurado para acoplar una corona artificial.

10

En el implante de la presente invención la primera zona o zona apical y la tercera zona, cabeza o módulo de cresta ocupan el mismo volumen en el implante dental, y donde el volumen de la segunda zona, zona central o cuerpo es el doble del volumen de la primera zona o zona apical o de la tercera zona, cabeza o módulo de cresta.

15

La principal ventaja del implante de la presente invención es que presenta un mejor equilibrio de comportamiento bio-tribomecánico y biofuncional, con respecto implantes comerciales gracias a que presenta tres zonas diferenciadas con distinta composición química, distinta porosidad y distinto acabado superficial.

20

Por tanto, otro aspecto de la invención se refiere a un procedimiento para fabricar el implante dental de la presente invención con una geometría cilíndrica de diámetro de entre 3 mm y 8 mm descrito anteriormente (a partir de aquí “el procedimiento de la invención”), que comprende las siguientes etapas:

25

a) añadir un polvo seleccionado de entre Ti, Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V o Ti<sub>35</sub>Nb<sub>7</sub>Zr<sub>5</sub>Ta en un molde cilíndrico de diámetro al menos 2 mm mayor que el diámetro del implante dental y que comprende una sufridera en su interior,

30

b) añadir una mezcla homogénea de un polvo seleccionado de entre Ti, Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V o Ti<sub>35</sub>Nb<sub>7</sub>Zr<sub>5</sub>Ta y un espaciador de (NH<sub>4</sub>)HCO<sub>3</sub> en el molde, sobre el polvo añadido en la etapa (a), donde la proporción en volumen de (NH<sub>4</sub>)HCO<sub>3</sub> en la mezcla es de entre 30 % v/v y 50 % v/v,

35

c) añadir un polvo seleccionado de entre Ti, Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V o Ti<sub>35</sub>Nb<sub>7</sub>Zr<sub>5</sub>Ta en el molde cilíndrico, sobre el polvo de la etapa (b),  
d) compactar el conjunto de polvos estratificados obtenido en la etapa (c) que se encuentra dentro del molde cilíndrico mediante unos medios de compresión uniaxial en frío manteniendo una presión de entre 800 MPa y 1200 MPa durante un periodo de tiempo de al menos 2 minutos,

- e) extraer la preforma cilíndrica en verde del polvo compactado obtenido en la etapa (d) junto con la sufridera del molde cilíndrico,
- f) calentar la preforma cilíndrica en verde obtenida en la etapa (e) en el interior de un contenedor a una temperatura de entre 60 °C y 70 °C y una presión de entre 8 Pa y 12 Pa durante un periodo de tiempo de entre 11 h y 13 h, preferiblemente en estufa,
- g) calentar la preforma cilíndrica, que se encuentra en el interior del contenedor, obtenida en la etapa (f) a una temperatura de entre 110 °C y 120 °C y una presión de entre 8 Pa y 12 Pa durante un periodo de tiempo de entre 11 h y 13 h, preferiblemente en estufa,
- h) sinterizar en un horno la preforma cilíndrica obtenida en la etapa (g) a una temperatura de entre 1250 °C y 1300 °C durante un periodo de tiempo de entre 110 min y 130 min, y a una presión de entre 0,04 Pa y 0,06 Pa, para obtener un cilindro de diámetro de entre 5 mm y 10 mm que comprende una primera zona o zona apical, una segunda zona, zona central o cuerpo y una tercera zona, cabeza o módulo de cresta, donde la primera zona o zona apical y la tercera zona, cabeza o módulo de cresta, ocupan el mismo volumen y donde el volumen de la segunda zona, zona central o cuerpo es el doble del volumen de la primera zona o zona apical o de la tercera zona, cabeza o módulo de cresta,
- i) mecanizar el cilindro obtenido en la etapa (h) mediante cilindrado, refrentado, roscado y ranurado, para obtener un cilindro de diámetro de entre 3 mm y 8 mm y dar forma de rosca externa de unión a la primera zona o zona apical y a la tercera zona, cabeza o módulo de cresta,
- j) procesar la superficie de la primera zona o zona apical mediante tratamiento químico o irradiación con iones argón o láser de femtosegundo para proporcionar una rugosidad superficial  $S_q$  entre 0,9 nm y 1 nm, entre 10  $\mu\text{m}$  y 20  $\mu\text{m}$  o entre 1  $\mu\text{m}$  y 2  $\mu\text{m}$ ,
- k) infiltrar por inmersión en los poros de la segunda zona, zona central o cuerpo una matriz polimérica biodegradable seleccionada de entre policaprolactona, polivinilalcohol, quitosano, poliácridatos y poliácridamidas, donde dichas matrices poliméricas biodegradables comprenden nanopartículas de Ag, hidroxiapatita, vidrio bioactivo o cualquier combinación de las mismas, y
- l) depositar en la superficie de la tercera zona, cabeza o módulo de cresta nanopartículas con propiedades antimicrobianas y de tamaño de entre 10 nm y 50 nm seleccionadas de entre Au, Ag, óxido de grafeno y cualquier combinación



de las mismas.

Las etapas (a), (b) y (c) se refieren a la adición secuencial de los polvos correspondientes a las distintas zonas del implante dental de la presente invención en un molde cilíndrico de diámetro al menos 2 mm mayor que el diámetro del implante y que comprende una sufridera en su interior. Preferiblemente las etapas (a), (b) y (c) se llevan a cabo independientemente, sin vibración y con una compactación manual posterior mediante punzón para que la superficie del polvo quede plana antes de recibir la siguiente capa de polvo.

10

Nótese que, para aportar porosidad a la segunda zona en la etapa (b), se utiliza un espaciador de  $(\text{NH}_4)\text{HCO}_3$ . En la etapa (b) del procedimiento de la invención se añade en el molde una mezcla homogénea de un polvo seleccionado de entre Ti,  $\text{Ti}_6\text{Al}_4\text{V}$  o  $\text{Ti}_{35}\text{Nb}_7\text{Zr}_5\text{Ta}$  y un espaciador de  $(\text{NH}_4)\text{HCO}_3$ , sobre el polvo añadido en la etapa (a), donde la proporción en volumen de  $(\text{NH}_4)\text{HCO}_3$  en la mezcla es de entre 30 % v/v y 50 % v/v.

15

Dicho espaciador se elimina tras la etapa (d) de compactación del conjunto de polvos estratificados obtenido en la etapa (c) y tras la etapa de extracción de la preforma cilíndrica del polvo compactado obtenido en la etapa (d) junto con la sufridera del molde cilíndrico, en dos etapas: las etapas (f) y (g). La eliminación del espaciador se lleva a cabo en dos etapas (f) y (g) para evitar la desintegración o la formación de grietas en la preforma en verde debido a una tasa de evaporación excesivamente elevada si se realizara en una sola etapa.

25

En la etapa (f) se elimina el espaciador de  $(\text{NH}_4)\text{HCO}_3$  calentando la preforma cilíndrica en verde obtenida en la etapa (e) en el interior de un contenedor a una temperatura de entre 60 °C y 70 °C y una presión de entre 8 Pa y 12 Pa, durante un periodo de tiempo de entre 11 h y 13 h. Preferiblemente dicha etapa (f) se lleva a cabo en estufa.

30

En la etapa (g) se continúa eliminando el espaciador de  $(\text{NH}_4)\text{HCO}_3$  calentando la preforma cilíndrica que se encuentra en el interior de un contenedor obtenida en la etapa (f) a una temperatura de entre 110 °C y 120 °C y una presión de entre 8 Pa y 12 Pa, durante un periodo de tiempo de entre 11 h y 13 h. Preferiblemente dicha etapa (g) se lleva a cabo en la misma estufa que en la etapa (f).

35

La etapa (h) se refiere a la sinterización la preforma cilíndrica obtenida en la etapa (g) en un horno. Dicha sinterización se lleva a cabo a una temperatura de entre 1250 °C y 1300 ° C durante un periodo de tiempo de entre 110 min y 130 min, y a una presión de  
 5 de entre 0,04 Pa y 0,06 Pa. Tras la sinterización se obtiene un cilindro de diámetro de entre 3 mm y 8 mm que comprende una primera zona o zona apical, una segunda zona, zona central o cuerpo y una tercera zona, cabeza o módulo de cresta, donde la primera zona o zona apical y la tercera zona, cabeza o módulo de cresta ocupan el mismo volumen y donde el volumen de la segunda zona, zona central o cuerpo es el doble del  
 10 volumen de la primera zona o zona apical o de la tercera zona, cabeza o módulo de cresta.

La etapa (i) del procedimiento de la presente invención se refiere a mecanizar el cilindro obtenido en la etapa (h) mediante cilindrado, refrentado, roscado y ranurado,  
 15 concretamente para obtener un cilindro de diámetro de entre 3 mm y 8 mm y para dar forma de rosca externa de unión a la primera zona o zona apical y a la tercera zona cabeza o módulo de cresta. La primera zona o zona apical está mecanizada en forma de rosca externa de unión para unirse al hueso de la cavidad bucal. La tercera zona, cabeza o módulo de cresta está mecanizada en forma de rosca externa de unión para  
 20 unirse al hueso de la cavidad bucal. Nótese que la tercera zona, cabeza o módulo de cresta incorpora un pilar protésico fijado con un tornillo configurado para acoplar una corona artificial.

La etapa (j) del procedimiento de la presente invención se refiere a procesar la superficie  
 25 de la primera zona o zona apical mediante tratamiento químico, irradiación con iones argón o láser femtosegundo para proporcionar una rugosidad superficial  $S_q$  entre 0,9 nm y 1 nm, entre 10  $\mu\text{m}$  y 20  $\mu\text{m}$  o entre 1  $\mu\text{m}$  y 2  $\mu\text{m}$  garantizando la integridad del implante dental durante su implantación (atornillado) y favoreciendo la posterior osteointegración.

30 En una realización preferida del procedimiento de la presente invención el procesado de la superficie de la primera zona o zona apical de la etapa (j) se lleva a cabo mediante irradiación con iones de argón de energía de entre 0,5 keV y 1 keV en un ángulo de incidencia del haz de entre 0 ° y 75 ° respecto de la normal a la superficie.

35 En otra realización preferida del procedimiento de la presente invención el procesado

de la superficie de la primera zona o zona apical de la etapa (j) se lleva a cabo mediante ataque químico sumergiendo la primera zona o zona apical (4) en una solución que se encuentra a una temperatura de entre 48 °C y 52 °C que comprende ácido fluorhídrico en una concentración de entre 20 ml/l y 24 ml/l y un inhibidor orgánico en un  
 5 concentración de entre 45 ml/l y 55 ml/l, durante un periodo de tiempo de 120 s y 130 s, preferiblemente el inhibidor orgánico es alcohol propargil,.

En otra realización preferida del procedimiento de la presente invención, el procesado de la superficie de la primera zona o zona apical de la etapa (j) se lleva a cabo mediante  
 10 irradiación con un láser de femtosegundos, de pulsos preferiblemente 396 fs en una frecuencia de repetición preferiblemente de 100 kHz, que opera a una longitud de onda de 1040 nm y con una energía de pulso máxima de 49,7 µJ. El uso de irradiación para el procesado de la superficie de la primera zona o zona apical supone una ventaja frente al tratamiento químico puesto que es un procesado respetuoso con el medio ambiente,  
 15 escalable a la fabricación de gran volumen y grandes superficies, así como interfaces.

La segunda zona, zona central o cuerpo tiene una porosidad en una proporción de entre 30 % v/v y 50 % v/v caracterizada por técnicas de análisis de imagen automático o por microtomografía. Dicha segunda zona, zona central o cuerpo muestra una distribución  
 20 homogénea de poros interconectados y un tamaño de poros de entre 100 µm y 200 µm de diámetro. En dicha segunda zona, zona central o cuerpo los poros están rellenos por matrices poliméricas biodegradables y dichas matrices poliméricas comprenden aditivos que aportan propiedades bioactivas para mejorar el crecimiento del hueso y/o propiedades antibacterianas. Los poros de esta segunda zona se infiltran  
 25 homogéneamente por inmersión en la etapa (k). Las matrices poliméricas biodegradables se seleccionan de entre policaprolactona, polivinilalcohol, quitosano, poliácridatos o poliácridamidas y dichas matrices poliméricas biodegradables comprenden aditivos que aportan propiedades bioactivas para mejorar el crecimiento del hueso y/o propiedades antibacterianas tales como nanopartículas de Ag,  
 30 hidroxapatita, vidrio bioactivo, o cualquiera de sus combinaciones.

La última etapa del procedimiento de la invención, la etapa (l), se refiere a la deposición homogénea en la superficie de la tercera zona de nanopartículas con propiedades antimicrobianas de tamaño de entre 10 nm y 50 nm y seleccionadas de entre Au, Ag,  
 35 óxido de grafeno y cualquier combinación de las mismas.

En una realización preferida del procedimiento de la presente invención dicha etapa de deposición (I) se lleva a cabo mediante:

- 5             $I_1$ ) tratamiento de la superficie de la tercera zona, cabeza o módulo de cresta (6) con una solución piraña seleccionada de entre
  - una mezcla de ácido sulfúrico concentrado y peróxido de hidrógeno en una relación 3:1, 4:1 o 7:1, y
  - una mezcla de hidróxido de amonio y peróxido de hidrógeno en una relación 3:1
- 10           $I_2$ ) tratamiento de silanización de la superficie de la tercera zona, cabeza o módulo de cresta (6) tratada en la etapa ( $I_1$ ) mediante inmersión en una solución seleccionada de entre aminopropiltriethoxisilano (APTES), 3-cloropropiltriethoxisilano (CPTES) y 3-glicidiloxipropiltriethoxisilano (GPTES),
- 15           $I_3$ ) inmersión de la superficie de la tercera zona, cabeza o módulo de cresta (6) tratada en la etapa ( $I_2$ ) en una suspensión de nanopartículas con propiedades antimicrobianas y de tamaño de entre 10 nm y 50 nm seleccionadas de entre Au, Ag, óxido de grafeno y cualquier combinación de las mismas.

En la etapa ( $I_1$ ) se utiliza una solución piraña seleccionada de entre

- 20            • una mezcla de ácido sulfúrico concentrado y peróxido de hidrógeno en una relación 3:1, 4:1 o 7:1, y
- una mezcla de hidróxido de amonio y peróxido de hidrógeno en una relación 3:1.

25            La solución piraña es explosiva ya que desprende grandes cantidades de calor, pudiendo alcanzar hasta 120 °C, por lo que se prepara in situ. Las explosiones se evitan utilizando como máximo un 30 % en volumen de peróxido de hidrógeno. Para incentivar la eficiencia de la solución piraña, ésta se puede calentar a una temperatura de entre 70 °C y 75 °C.

30            En la etapa ( $I_3$ ) se lleva a cabo la inmersión de la superficie de la tercera zona, cabeza o módulo de cresta tratada en la etapa ( $I_2$ ) en una suspensión de nanopartículas con propiedades antimicrobianas y de tamaño de entre 10 nm y 50 nm seleccionadas de entre Au, Ag, óxido de grafeno y cualquier combinación de las mismas. Dicha suspensión se prepara preferiblemente con reductores biocompatibles tales como los

35            citratos o el borohidruro sódico para obtener una mayor población de nanopartículas con

propiedades antimicrobianas.

Otro aspecto de la invención se refiere a un método para la reposición dental que comprende implantar en un sujeto que lo necesita el implante dental mencionado  
5 anteriormente roscando la primera zona o zona apical del implante dental al hueso y roscando el tornillo de la tercera zona, cabeza o módulo de cresta con la corona artificial.

A lo largo de la descripción y las reivindicaciones la palabra "comprende" y sus variantes no pretenden excluir otras características técnicas, aditivos, componentes o pasos. Para  
10 los expertos en la materia, otros objetos, ventajas y características de la invención se desprenderán en parte de la descripción y en parte de la práctica de la invención. Los siguientes ejemplos y figuras se proporcionan a modo de ilustración, y no se pretende que sean limitativos de la presente invención.

## 15 **BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS**

### **Fig. 1**

a) Esquema del implante dental (1) y su inserción en el hueso maxilar (3). Se distinguen los siguientes elementos:

- 20 (1) Implante dental
- (2a) Pilar protésico
- (2b) Tornillo
- (2c) Corona artificial
- (3) Hueso maxilar

- 25 b) Esquema del implante dental (1) que comprende
  - (4) una primera zona o zona apical,
  - (5) una segunda zona, zona central o cuerpo y
  - (6) una tercera zona, cabeza o módulo de cresta,con una relación adimensional 1:3:1 entre (4), (5) y (6).

30

**Fig. 2** Esquema del procedimiento de fabricación de la preforma cilíndrica en verde donde se utiliza:

- (8) Molde cilíndrico de compactación
- (9) Sufridera
- 35 (10) Polvos correspondientes a la composición de la zona apical o primera zona

(11) Polvos correspondientes a la composición de la zona central o segunda zona

(12) Polvos correspondientes a la composición de la cabeza o tercera zona

(13) Punzón

5 con una relación adimensional 3:6:21 entre (10), (11) y (12).

**Fig. 3** (a) Imágenes de microscopía electrónica de barrido de la superficie de la primera zona antes y después del procesado con láser de femtosegundo de la superficie y (b) Imagen obtenida mediante microscopía confocal de la superficie de la primera zona  
10 después del tratamiento con láser de femtosegundo.

**Fig. 4** Imágenes de microscopía electrónica de barrido de una superficie plana de la primera zona procesada por irradiación de iones argón.

15 **Fig. 5** Imágenes de microscopía electrónica de barrido de la modificación superficial de la primera zona mediante ataque químico tras una inmersión de 125 s: (a) escala 100  $\mu\text{m}$  y (b) escala 10  $\mu\text{m}$ .

**Fig. 6** Imágenes de microscopía electrónica de barrido de la modificación superficial de  
20 la segunda zona mediante recubrimiento del sustrato obtenido con el composite PCL/PVA 50/50 y 0,4 % en peso de nanopartículas de Ag, a la izquierda, y PCL/PVA 80/20 y 0,4 % en peso de nanopartículas de Ag a la derecha. Las vistas superiores se muestran en (a) y (b) y la sección transversal en (c) y (d). Las imágenes de microscopia electrónica de barrido obtenida con electrones retrodispersados de una sección  
25 transversal porosa se representan en (e) y (f).

**Fig. 7** Experimentos de inhibición utilizando un sustrato de Ti del 40% de porosidad: (a) criterios de medición, (b) resultados generales, (c) imagen después de la silanización y antes del recubrimiento con AgNPs, y (d) después del recubrimiento con AgNPs (d).  
30 Misma barra de escala para la imagen (c) y (d).

## EJEMPLOS

A continuación, se ilustrará la invención mediante unos ensayos realizados por los  
35 inventores, que pone de manifiesto la efectividad del producto de la invención.

La Fig. 1a) muestra un esquema del implante dental (1), el pilar protésico (2a), tornillo (2b) y corona artificial (2c), y su inserción en el hueso de la cavidad bucal (3).

- 5 La Fig. 1b) muestra un esquema del implante dental (1) que comprende una primera zona o zona apical (4), una segunda zona, zona central o cuerpo (5) y una tercera zona, cabeza o módulo de cresta (6) donde la relación adimensional entre (4), (5) y (6) es 1:3:1. En una realización preferente las dimensiones entre (4), (5) y (6) es 3:6:3 (cotas en mm) con un diámetro de 4 mm.

10

Para la fabricación del implante dental (1) se llevan a cabo los siguientes pasos:

- Fabricación de una preforma cilíndrica en verde con tres zonas diferenciadas (4, 5, 6) que utiliza espaciadores en la segunda zona, zona central o cuerpo (5) para aportar porosidad y que comprende además una etapa de eliminación de dichos espaciadores
- 15 - Sinterizado de la preforma cilíndrica
- Micromecanizado de la preforma cilíndrica sinterizada
- Modificación superficial de las distintas zonas (4, 5, 6)

## 20 Fabricación de la preforma cilíndrica en verde

La Fig. 2 muestra un esquema del procedimiento de fabricación de la preforma cilíndrica en verde donde se utiliza

- (8) un molde cilíndrico de compactación
- 25 (9) una sufridera
- (10) Polvos correspondientes a la composición de la zona apical o primera zona (4)
- (11) Polvos correspondientes a la composición de la zona central, cuerpo o segunda zona (5)
- (12) Polvos correspondientes a la composición de la cabeza, módulo de cresta o tercera
- 30 zona (6) y
- (13) un punzón
- con una relación adimensional 3:6:21 entre (10), (11) y (12).

Para la fabricación del implante dental se pesan las masas de polvo a emplear para

35 cada zona (4, 5, 6) del implante dental mediante una balanza, según lo indicado en la

Tabla 1.

Tabla 1. Masas de polvo para fabricar las zonas apical, central y cabeza de la preforma cilíndrica

5

Secciones	Masa de Ti (g)	Masa de (NH <sub>4</sub> ) HCO <sub>3</sub> (g) *
Primera zona o zona apical (4)	0,558	0,000
Segunda zona, zona central o cuerpo (5)	0,810	0,122
Tercera zona, cabeza o módulo de cresta (6)	3,905	0,000

\* espaciador para obtener mayor porosidad en la segunda zona, zona central o cuerpo (5)

- 10 Para llevar a cabo una “lubricación en paredes” del molde para la compactación, se emplea una suspensión de 20 g de cera de Etileno bis estearamida (EBS) por 100 cm<sup>3</sup> de acetona. Se ha empleado un molde cilíndrico (8) de 8 mm de diámetro para obtener una preforma cilíndrica de 8 mm de diámetro que permita obtener un implante dental de la invención (1) de 6 mm de diámetro. En general, el molde (8) debe tener un diámetro,
- 15 al menos, 2 mm mayor que el diámetro del implante dental (1).

Se coloca una sufridera (9) en el interior del molde (8).

- 20 Se vierten secuencialmente las masas de polvo correspondientes a las composiciones de la primera zona o zona apical (4), de la segunda zona, zona central o cuerpo (5) y de la tercera zona, cabeza o módulo de cresta (6) en el interior del molde cilíndrico (8). Se compactan en una prensa mecánica, una vez colocado el punzón (13), el conjunto de polvos estratificados (10, 11, 12) a 800 MPa y se mantiene dicha presión durante 2 minutos.

25

Se extrae, junto con la sufridera del molde (9), la preforma cilíndrica compactada y en



verde.

El bicarbonato de amonio  $(\text{NH}_4)\text{HCO}_3$ , utilizado como espaciador para crear porosidad en la segunda zona, zona central o cuerpo (5) se elimina introduciendo la preforma cilíndrica en verde en un contenedor y el conjunto en una estufa, primeramente, a una temperatura a 60 °C durante 12 horas y, seguidamente, a una temperatura de 120 °C durante otras 12 horas más. Las dos etapas anteriores se realizan a una presión de vacío  $\leq 10$  Pa.

#### 10 Sinterizado de la preforma cilíndrica en verde

A continuación, se sinteriza la preforma cilíndrica en verde en un horno, a una temperatura de 1300 °C durante 2 horas y en alto vacío, a 0,05 Pa.

#### 15 Micromecanizado de la preforma cilíndrica sinterizada

En un centro de mecanizado de 5 ejes se mecaniza la preforma sinterizada, para obtener la geometría y la forma de la rosca exterior de unión de la primera zona o zona apical (4) y la tercera zona, cabeza o módulo de cresta (6) mediante los procesos de cilindrado, refrentado, roscado y ranurado, con herramientas de metal duro recubiertas de TiN para aplicaciones universales y acabado fino.

#### Modificación superficial de las zonas apical (4), zona central (5) y cabeza (6)

En un primer ensayo, la superficie de la primera zona o zona apical (4) se procesa en forma de líneas con la ayuda de un láser (Spirit 1040-4, Spectra-Physics, Santa Clara, CA, USA) de 396 femtosegundos en una frecuencia de repetición de 100 kHz que opera a una longitud de onda de 1040 nm y con una energía de pulso máxima de 49, 7  $\mu\text{J}$ . El área de irradiación es de 12  $\mu\text{m}$  con una velocidad de escaneo de 960 mm/s y un número de repeticiones de 20. La rugosidad superficial obtenida es de  $S_q = 1,5 \mu\text{m}$ .

La Fig. 3 muestra ensayos preliminares en sustratos de discos de composición similar a la primera zona o zona apical (4): (a) imágenes de microscopía electrónica de barrido antes y después del procesado con láser de fs de la superficie y (b) imagen obtenida

mediante microscopía confocal (S Neox, Sensofar, Barcelona, España) de la superficie después del tratamiento con láser de femtosegundo.

En un segundo ensayo la superficie de la primera zona o zona apical (4) se procesa en forma de líneas mediante irradiación con iones argón de energía entre 0,5 keV y 1 keV en un ángulo de incidencia 60° respecto a la normal de la superficie. El ensayo se llevó a cabo en IMPACT experimental facility, <https://doi.org/10.1063/1.2805677>. La rugosidad superficial obtenida es de  $S_q = 0,93$  nm.

La Fig. 4 muestra ensayos preliminares en sustratos de discos de composición similar a la primera zona o zona apical (4): imagen de microscopía electrónica de barrido de una superficie plana procesada por irradiación de iones argón.

En un tercer ensayo la superficie de la primera zona o zona apical (4) se procesa mediante ataque químico sumergiendo la superficie de la primera zona o zona apical (4) en una solución que se encuentra a una temperatura 50 °C y que comprende ácido fluorhídrico (HF) al 45 % en agua destilada (22 mL/L) y un inhibidor orgánico, Propargyl Alcohol (0,5 mL/L), durante un periodo de tiempo de 125 s. La rugosidad superficial obtenida es de  $S_q = 15,2$  µm.

En la Fig. 5 se muestran ensayos preliminares en sustratos de discos de composición similar a la primera zona o zona apical (4): microscopía electrónica de barrido de la modificación superficial de la primera zona o zona apical (4) mediante dicho ataque químico tras una inmersión de 125 s (a) escala 100 µm y (b) escala 10 µm.

La segunda zona, zona central o cuerpo (5) tiene una porosidad en una proporción del 30 % v/v, una distribución homogénea de poros interconectados y un tamaño de poros entre 100 µm y 200 µm de diámetro, determinado mediante el método de Arquímedes y por microtomografía computerizada (Micro CT).

La Fig. 6 muestra ensayos preliminares en sustratos de discos de composición similar a la segunda zona, zona central o cuerpo (5): imágenes de microscopía electrónica de barrido de la modificación superficial de la segunda zona, zona central o cuerpo (5) mediante recubrimiento del sustrato obtenido con el composite PCL/PVA 50/50 y 0,4 % en peso nanopartículas de Ag (columna izquierda), y PCL/PVA 80/20 y 0,4 % en peso

nanopartículas de Ag (columna derecha). Las vistas superiores de la Fig. 6 se muestran en (a) y (b) y la sección transversal en (c) y (d). Las imágenes de microscopia electrónica de barrido obtenida con electrones retrodispersados de una sección transversal porosa se representan en (e) y (f).

5

La superficie de la tercera zona, cabeza o módulo de cresta (6) se modifica con nanopartículas con propiedades antimicrobianas. Para ello, una pieza de titanio de porosidad 40 % se sumerge completamente en una disolución denominada “piraña”, preparada a partir de una mezcla 1:7 de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (30 % v/v) y H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (70 % v/v) a 75 °C, durante 1 hora. La disolución cambia en unos minutos de incolora a anaranjada, debido a la aparición de óxido de titanio, acompañada de un burbujeo en toda la superficie del metal debido a la generación de oxígeno. Pasado este tiempo, se extrae la pieza de titanio con pinzas y se lava tres veces con agua destilada, acetona y se seca en corriente de nitrógeno. Una vez que la superficie de titanio ha sido funcionalizada con grupos hidroxilos (-OH), se procede a la etapa de silanización mediante un anclaje, en el que se emplea una disolución acuosa de 3-aminopropiltrietoxisilano (APTES), al 1 vol. %, y se mantiene a temperatura ambiente 15 minutos reaccionando. A continuación, se seca en un horno a 115 °C durante 90 minutos. Posteriormente se lavaron tres veces con agua y se secaron siguiendo el procedimiento habitual.

20

Por otro lado, se procedió a la preparación de las correspondientes AgNPs mediante el uso de 10 mL de PEG 200 en agitación con 3,42 g de PEG 3000 a 80 °C. Una vez que se alcanza la disolución completa se sube la temperatura a 40 °C y se adiciona de una vez 100 mg de nitrato de plata, para obtener una suspensión de color marrón. A continuación, la pieza de titanio se sumerge en la suspensión de AgNPs durante 30 minutos con objeto de que se unan al silano. La caracterización se llevó a cabo mediante microscopía electrónica SEM acoplada EDS-SEM, que proporcionó información sobre la orografía de la superficie y de su composición química.

Por otro lado, la capacidad antibacteriana frente a diversas cepas de la colección española, Gram-negativa y Gram-positiva, se estudió utilizando medio Müller-Hinton y con suspensiones de TSA de bacterias enriquecidas utilizando asas estériles. Para ello, las muestras de titanio biofuncionalizadas se colocan boca abajo en contacto con la superficie rica en bacterias y se cultivan 24 h a 37 °C en condiciones aeróbicas. Los halos de inhibición se identifican al presentar una superficie más transparente y se miden

35

utilizando el programa ImageJ. Se hacen tres medidas para que el estudio resulte estadísticamente reproducible. En la Fig. 7 se muestran experimentos de inhibición utilizando un sustrato de Ti del 40% de porosidad: (a) criterios de medición, (b) resultados generales, (c) imagen después de la silanización y antes del recubrimiento con AgNPs, y (d) después del recubrimiento con AgNPs (d). Misma barra de escala para la imagen (c) y (d).

**REIVINDICACIONES**

1. Un implante dental (1) con una geometría cilíndrica de diámetro de entre 3 mm y 8 mm que comprende:

- 5           - una primera zona o zona apical (4) en forma de rosca exterior de unión configurada para unirse al hueso de la cavidad bucal (3), garantizar la integración del implante durante su atornillado y favorecer su osteointegración, compuesta por Ti, Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V o Ti<sub>35</sub>Nb<sub>7</sub>Zr<sub>5</sub>Ta, y con rugosidad superficial S<sub>q</sub> entre 0,9 nm y 1 nm, entre 10 μm y 20 μm o entre 1 μm y 2 μm,
- 10          - una segunda zona, zona central o cuerpo (5) con una porosidad en una proporción de entre 30 % y 50 % en volumen, situada sobre la primera zona o zona apical (4), con una distribución homogénea de poros interconectados y un tamaño de poros de entre 100 μm y 200 μm de diámetro, donde dicha segunda zona, zona central o cuerpo (5) está compuesta por Ti, Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V o Ti<sub>35</sub>Nb<sub>7</sub>Zr<sub>5</sub>Ta, y
- 15          donde los poros están rellenos por matrices poliméricas biodegradables seleccionadas de entre policaprolactona, polivinilalcohol, quitosano, poliacrilatos o poliacrilamidas, y donde dichas matrices poliméricas biodegradables comprenden nanopartículas de Ag, hidroxiapatita, vidrio bioactivo, o cualquier combinación de las mismas,
- 20          - una tercera zona, cabeza o módulo de cresta (6) en forma de rosca exterior de unión configurada para unirse al hueso de la cavidad bucal (3), resistir las cargas de masticación y evitar la adhesión de bacterias perjudiciales, y compuesta por Ti, Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V o Ti<sub>35</sub>Nb<sub>7</sub>Zr<sub>5</sub>Ta, situada sobre la segunda zona, zona central o cuerpo (5), donde la superficie de dicha tercera zona (4) comprende nanopartículas
- 25          antimicrobianas de tamaño de entre 10 nm y 50 nm distribuidas homogéneamente por toda la superficie, seleccionadas de entre Au, Ag, óxido de grafeno y cualquier combinación de las mismas, y
- un pilar protésico (2a) fijado con un tornillo (2b) situado sobre la tercera zona, cabeza o módulo de cresta (6) y configurado para acoplar una corona artificial
- 30          (2c).

donde la primera zona o zona apical (4) y la tercera zona, cabeza o módulo de cresta (6) ocupan el mismo volumen en el implante dental (1), y donde el volumen de la segunda zona, zona central o cuerpo (5) es el doble del volumen de la primera zona o zona apical (4) o de la tercera zona, cabeza o módulo de cresta (6).

35

2. El implante según la reivindicación 1, donde la primera zona o zona apical (4) es procesada mediante irradiación de iones argón y tiene una rugosidad superficial  $S_q$  de entre 0,9 nm y 1 nm.
- 5 3. El implante según la reivindicación 1, donde la primera zona o zona apical (4) es procesada mediante tratamiento químico y tiene una rugosidad superficial  $S_q$  de entre 10  $\mu\text{m}$  y 20  $\mu\text{m}$ .
- 10 4. El implante según la reivindicación 1, donde la primera zona o zona apical (4) es procesada mediante irradiación con láser de femtosegundo y tiene una rugosidad superficial  $S_q$  de entre 1  $\mu\text{m}$  y 2  $\mu\text{m}$ .
5. El implante dental (1) según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 donde la primera zona o zona apical (4) tiene una estructura de superficie con
- 15
- ondulaciones que tienen crestas de igual o distinta altura y valles de igual o distinta profundidad, donde la distancia entre dos crestas adyacentes o dos valles adyacentes es igual o distinta,
  - columnas de igual o distinto diámetro y distinta o igual altura, donde dichas columnas se separan entre sí con una distancia adyacente igual o distinta,

20

  - surcos o agujeros de distinta profundidad que se separan entre sí con una distancia adyacente igual o distinta,
  - y cualquier combinación de los mismos.
6. Un procedimiento para fabricar el implante dental (1) con una geometría cilíndrica de
- 25 diámetro de entre 3 mm y 8 mm según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por que comprende las siguientes etapas:
- a) añadir un polvo seleccionado de entre Ti,  $\text{Ti}_6\text{Al}_4\text{V}$  o  $\text{Ti}_{35}\text{Nb}_7\text{Zr}_5\text{Ta}$  en un molde cilíndrico (8) de diámetro al menos 2 mm mayor que el diámetro del implante dental (1) y que comprende una sufridera (9) en su interior,
- 30 b) añadir una mezcla homogénea de un polvo seleccionado de entre Ti,  $\text{Ti}_6\text{Al}_4\text{V}$  o  $\text{Ti}_{35}\text{Nb}_7\text{Zr}_5\text{Ta}$  y un espaciador de  $(\text{NH}_4)\text{HCO}_3$  en el molde cilíndrico (8), sobre el polvo añadido en la etapa (a), donde la proporción en volumen de  $(\text{NH}_4)\text{HCO}_3$  en la mezcla es de entre 30 % v/v y 50 % v/v,
- c) añadir un polvo seleccionado de entre Ti,  $\text{Ti}_6\text{Al}_4\text{V}$  o  $\text{Ti}_{35}\text{Nb}_7\text{Zr}_5\text{Ta}$  en el molde
- 35 cilíndrico (8), sobre el polvo de la etapa (b),

- d) compactar el conjunto de polvos estratificados obtenido en la etapa (c) que se encuentra dentro del molde cilíndrico (8) mediante unos medios de compresión uniaxial en frío manteniendo una presión de entre 800 MPa y 1200 MPa durante un periodo de tiempo de al menos 2 minutos,
- 5 e) extraer la preforma cilíndrica en verde del polvo compactado obtenido en la etapa (d) junto con la sufridera (9) del molde cilíndrico (8),
- f) calentar la preforma cilíndrica en verde obtenida en la etapa (e) en el interior de un contenedor a una temperatura de entre 60 °C y 70 °C y una presión de entre 8 Pa y 12 Pa durante un periodo de tiempo de entre 11 h y 13 h,
- 10 g) calentar la preforma cilíndrica, que se encuentra en el interior del contenedor, obtenida en la etapa (f) a una temperatura de entre 110 °C y 120 °C y una presión de entre 8 Pa y 12 Pa durante un periodo de tiempo de entre 11 h y 13 h,
- h) sinterizar en un horno la preforma cilíndrica obtenida en la etapa (g) a una temperatura de entre 1250 °C y 1300 °C durante un periodo de tiempo de entre 110 min y 130 min y a una presión de entre 0,04 Pa y 0,06 Pa, para obtener un
- 15 cilindro de diámetro de entre 3 mm y 8 mm que comprende una primera zona o zona apical (4), una segunda zona, zona central o cuerpo (5) y una tercera zona, cabeza o módulo de cresta (6), donde la primera zona o zona apical (4) y la tercera zona, cabeza o módulo de cresta (6) ocupan el mismo volumen y donde
- 20 el volumen de la segunda zona, zona central o cuerpo (5) es el doble del volumen de la primera zona o zona apical (4) o de la tercera zona, cabeza o módulo de cresta (6),
- i) mecanizar el cilindro obtenido en la etapa (h) mediante cilindrado, refrentado, roscado y ranurado para obtener un cilindro de diámetro de entre 3 mm y 8 mm y dar forma de rosca externa de unión a la primera zona o zona apical (4) y a la
- 25 tercera zona, cabeza o módulo de cresta (6),
- j) procesar la superficie de la primera zona o zona apical (4) mediante tratamiento químico o irradiación con iones argón o laser de femtosegundo para proporcionar una rugosidad superficial  $S_q$  entre 0,9 nm y 1 nm, entre 10  $\mu\text{m}$  y 20  $\mu\text{m}$  o entre 1
- 30  $\mu\text{m}$  y 2  $\mu\text{m}$ ,
- k) infiltrar por inmersión en los poros de la segunda zona, zona central o cuerpo (5) una matriz polimérica biodegradable seleccionada de entre policaprolactona, polivinilalcohol, quitosano, poliácridatos y poliácridamidas, donde dichas matrices poliméricas biodegradables comprenden nanopartículas de Ag, hidroxiapatita,
- 35 vidrio bioactivo o cualquier combinación de las mismas, y

l) depositar en la superficie de la tercera zona, cabeza o módulo de cresta (6), nanopartículas con propiedades antimicrobianas y de tamaño de entre 10 nm y 50 nm seleccionadas de entre Au, Ag, óxido de grafeno y cualquier combinación de las mismas.

5

7. El procedimiento según la reivindicación 6, donde las etapas (a), (b) y (c) se llevan a cabo independientemente, sin vibración y con una compactación manual posterior mediante punzón (13).

10

8. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 6 ó 7, donde el procesado de la superficie de la primera zona o zona apical (4) de la etapa (j) se lleva a cabo mediante irradiación con iones de argón de energía de entre 0,5 KeV y 1 KeV en un ángulo de incidencia del haz de entre 0 ° y 75 ° respecto a la normal de la superficie.

15

9. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 6 ó 7, donde el procesado de la superficie de la primera zona o zona apical (4) de la etapa (j) se lleva a cabo mediante ataque químico sumergiendo la primera zona o zona apical (4) en una solución que se encuentra a una temperatura de entre 48 °C y 52 °C que comprende ácido fluorhídrico en una concentración de entre 20 ml/l y 24 ml/l y un inhibidor orgánico en una concentración de entre 45 ml/l y 55 ml/l, durante un periodo de tiempo de 120 s y 130 s,

20

10. El procedimiento según la reivindicación 9, donde el inhibidor orgánico utilizado en la etapa (j) es alcohol propargil.

25

11. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 6 ó 7, donde el procesado de la superficie de la primera zona o zona apical (4) de la etapa (j) se lleva a cabo mediante irradiación con un láser de femtosegundos, de pulsos de 396 fs en una frecuencia de repetición preferiblemente de 100 kHz, que opera a una longitud de onda de 1040 nm y con una energía de pulso máxima de 49,7 µJ.

30

12. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 6 a 11, donde la deposición de la etapa (l) se lleva a cabo mediante

l<sub>1</sub>) tratamiento de la superficie de la tercera zona, cabeza o módulo de cresta (6) con una solución piraña seleccionada de entre

35

- una mezcla de ácido sulfúrico concentrado y peróxido de hidrógeno en una



relación 3:1, 4:1 o 7:1, y

- una mezcla de hidróxido de amonio y peróxido de hidrógeno en una relación 3:1

5 l<sub>2</sub>) tratamiento de silanización de la superficie de la tercera zona, cabeza o módulo de cresta (6) tratada en la etapa (l<sub>1</sub>) mediante inmersión en una solución seleccionada de entre aminopropiltietoxisilano (APTES), 3-cloropropiltietoxisilano (CPTES) y 3-glicidiloxipropiltietoxisilano (GPTES),

10 l<sub>3</sub>) inmersión de la superficie de la tercera zona, cabeza o módulo de cresta (6) tratada en la etapa (l<sub>2</sub>) en una suspensión de nanopartículas con propiedades antimicrobianas y de tamaño de entre 10 nm y 50 nm seleccionadas de entre Au, Ag, óxido de grafeno y cualquier combinación de las mismas.

Fig. 1

a)

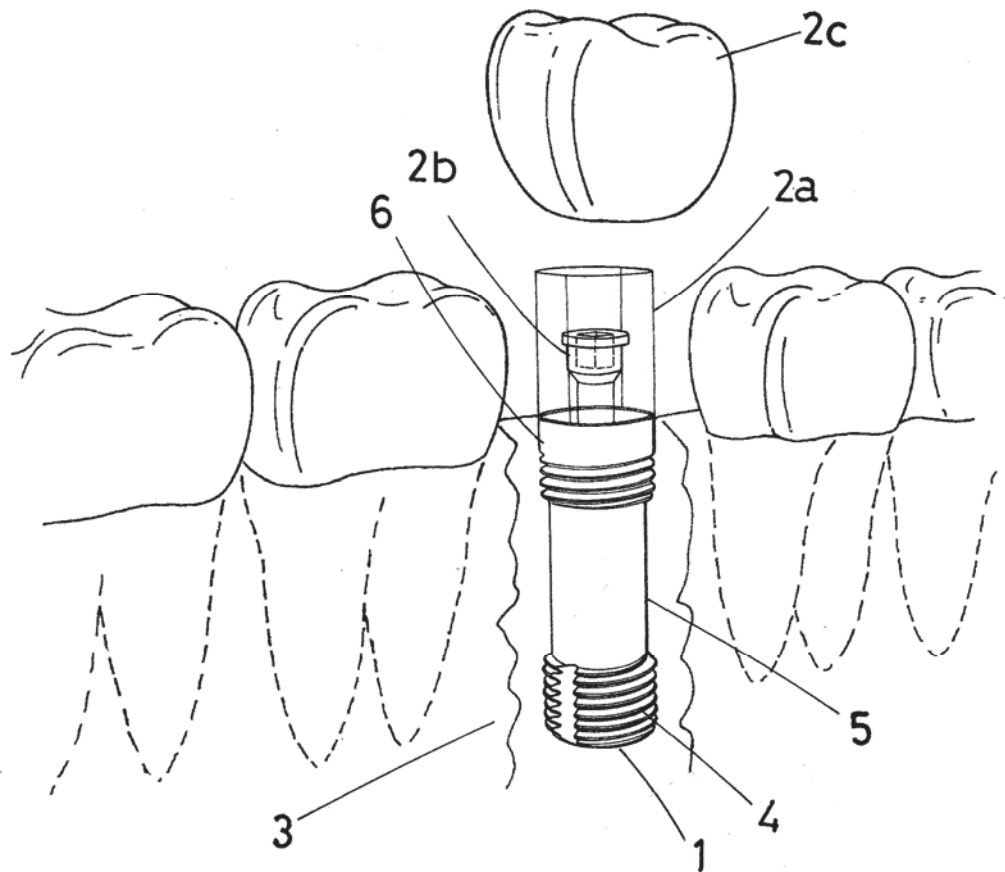


Fig. 1 Cont.

b)

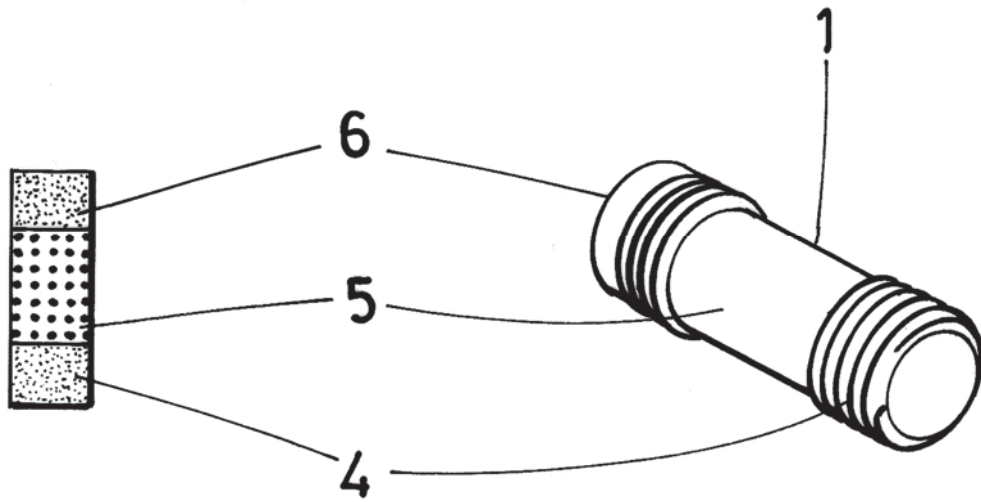
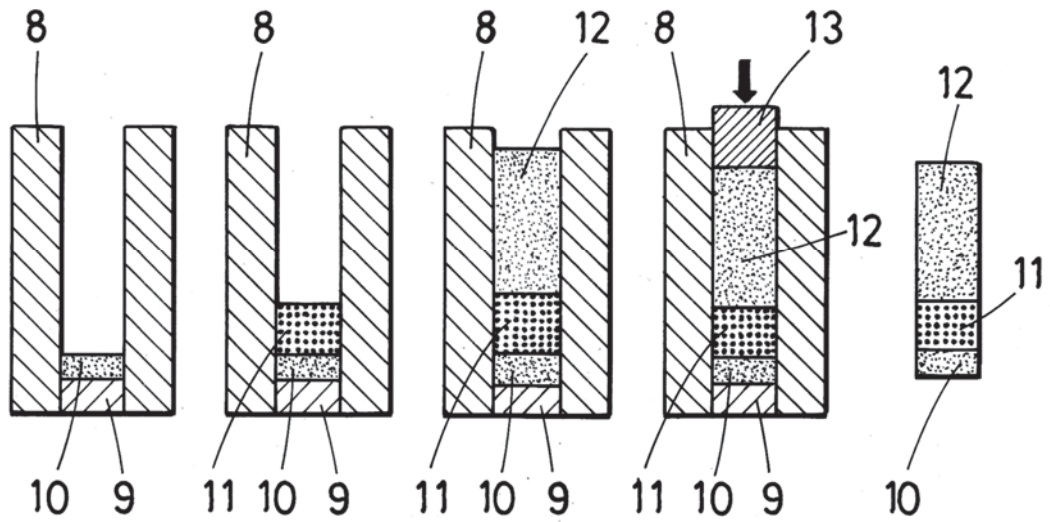


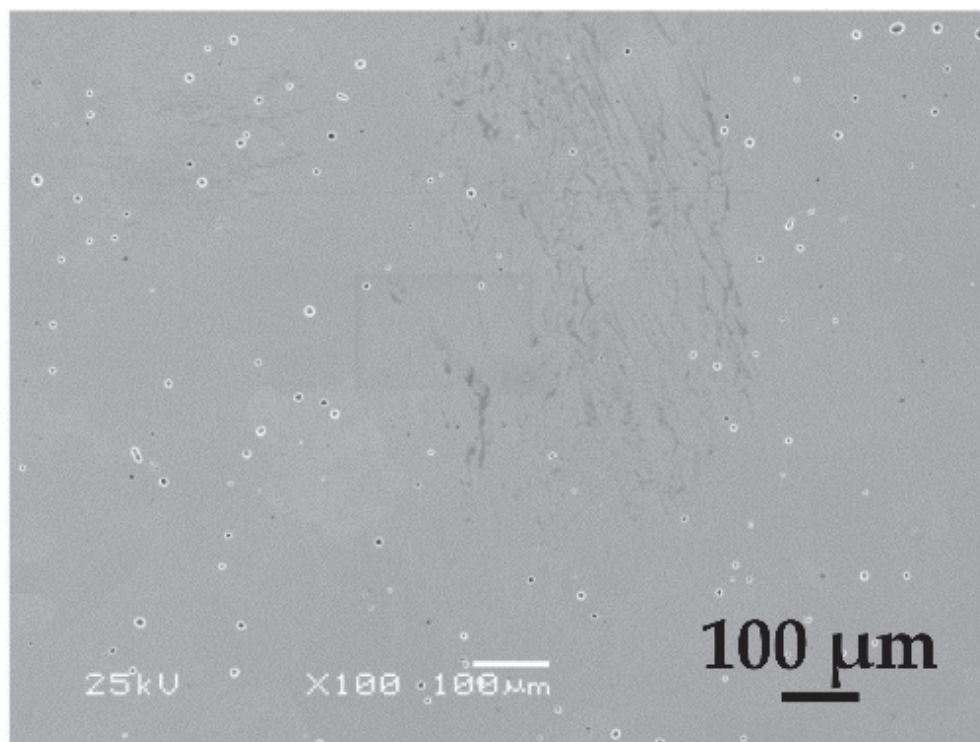
Fig. 2



**Fig. 3**

a)

Antes del tratamiento de FS



Después del tratamiento de FS

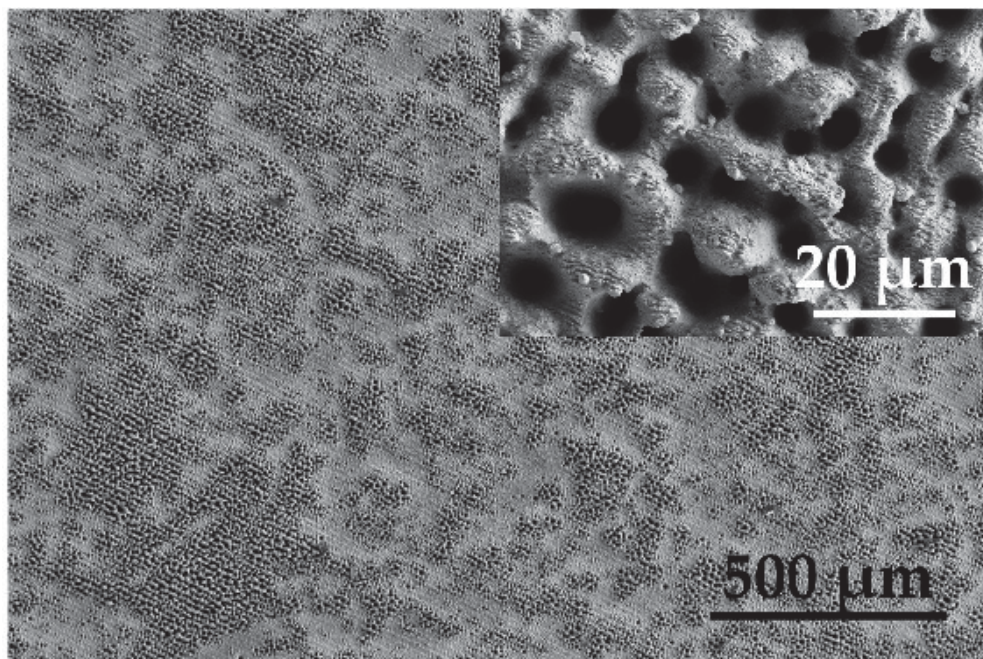
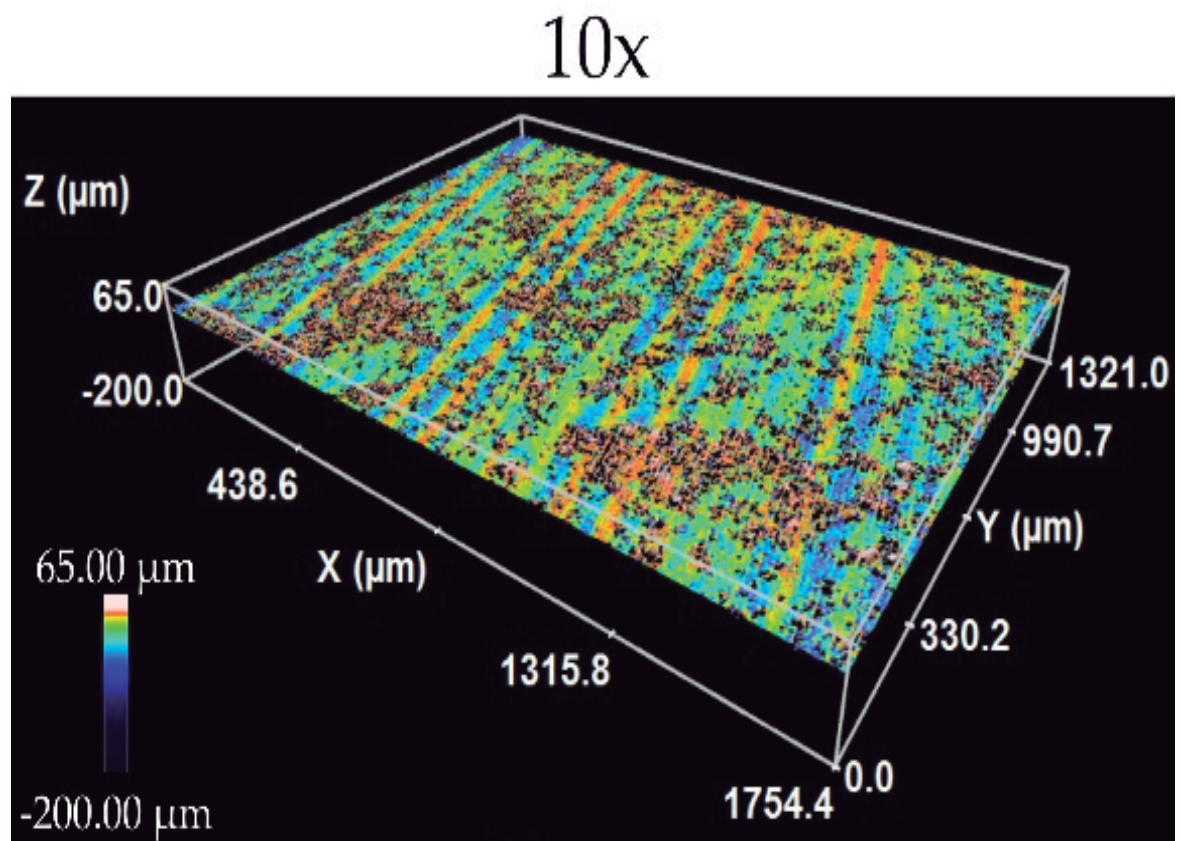


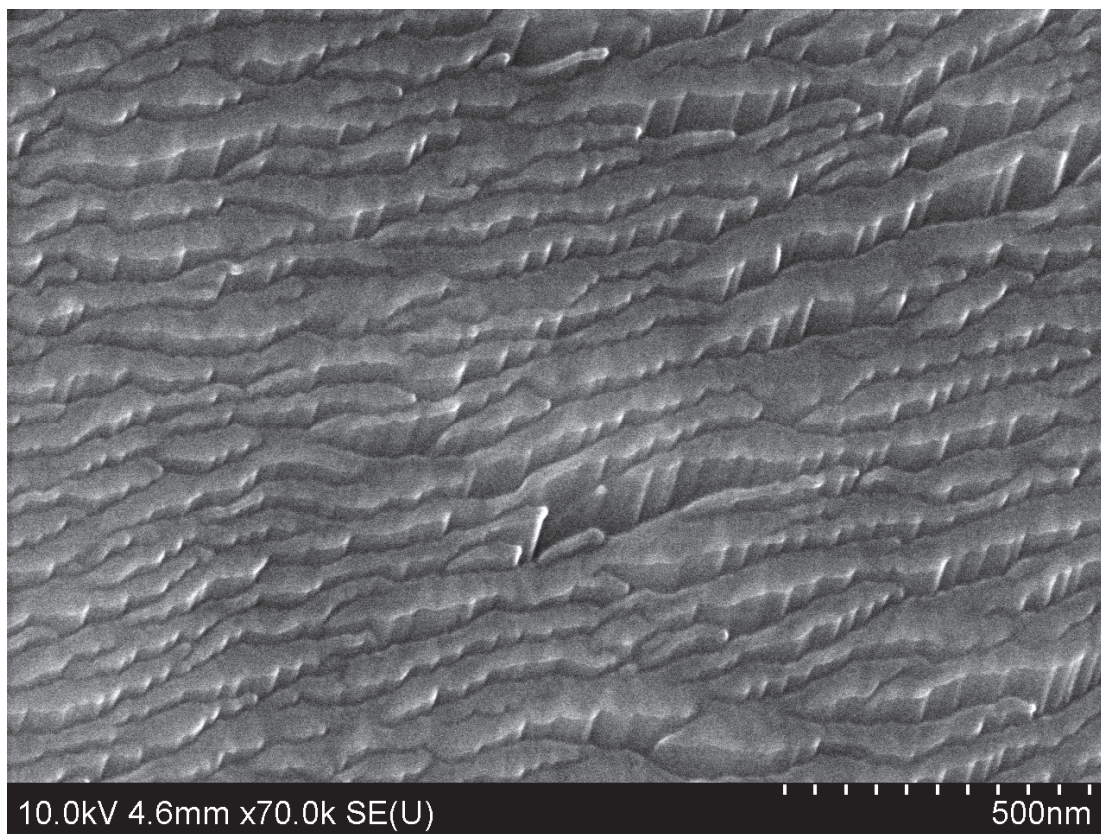
Fig. 3 Cont.

b)





**Fig. 4**





**Fig. 5**

**a)**

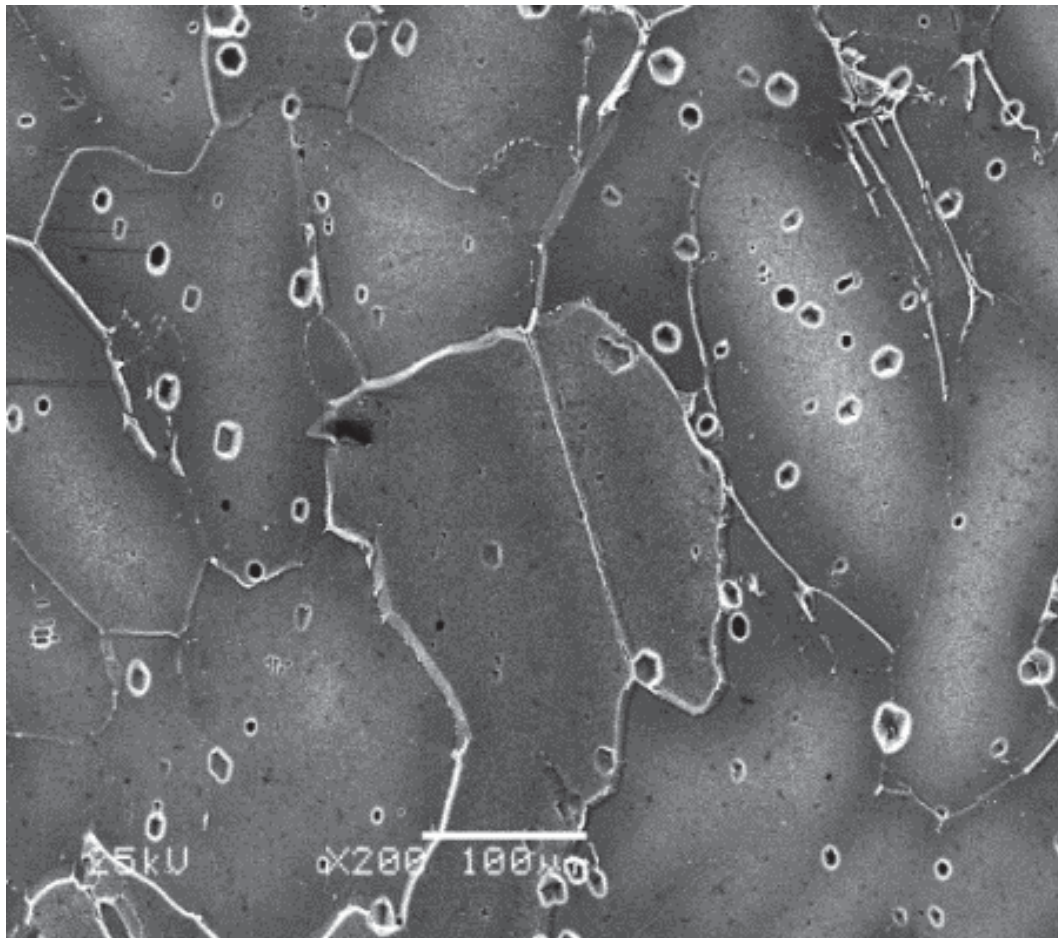


Fig. 5 Cont.

b)

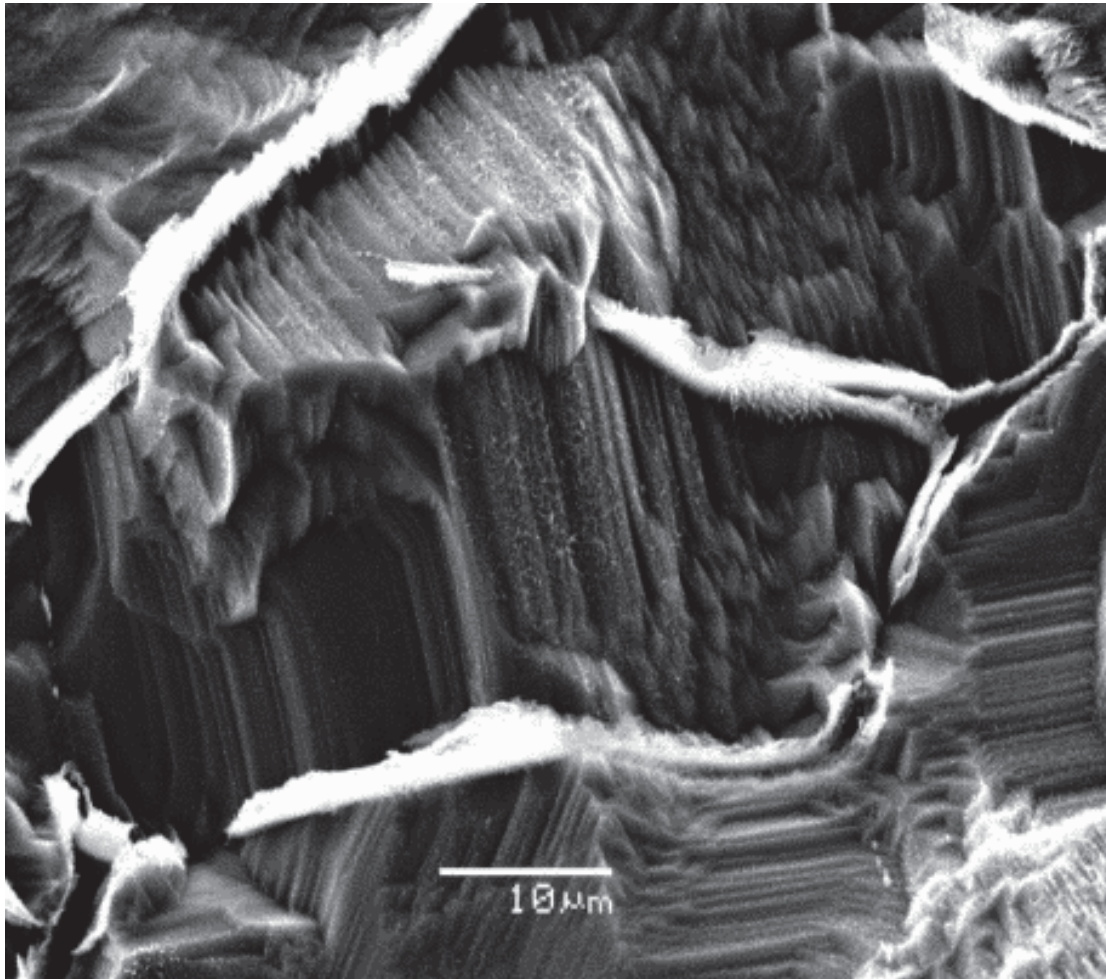


Fig. 6

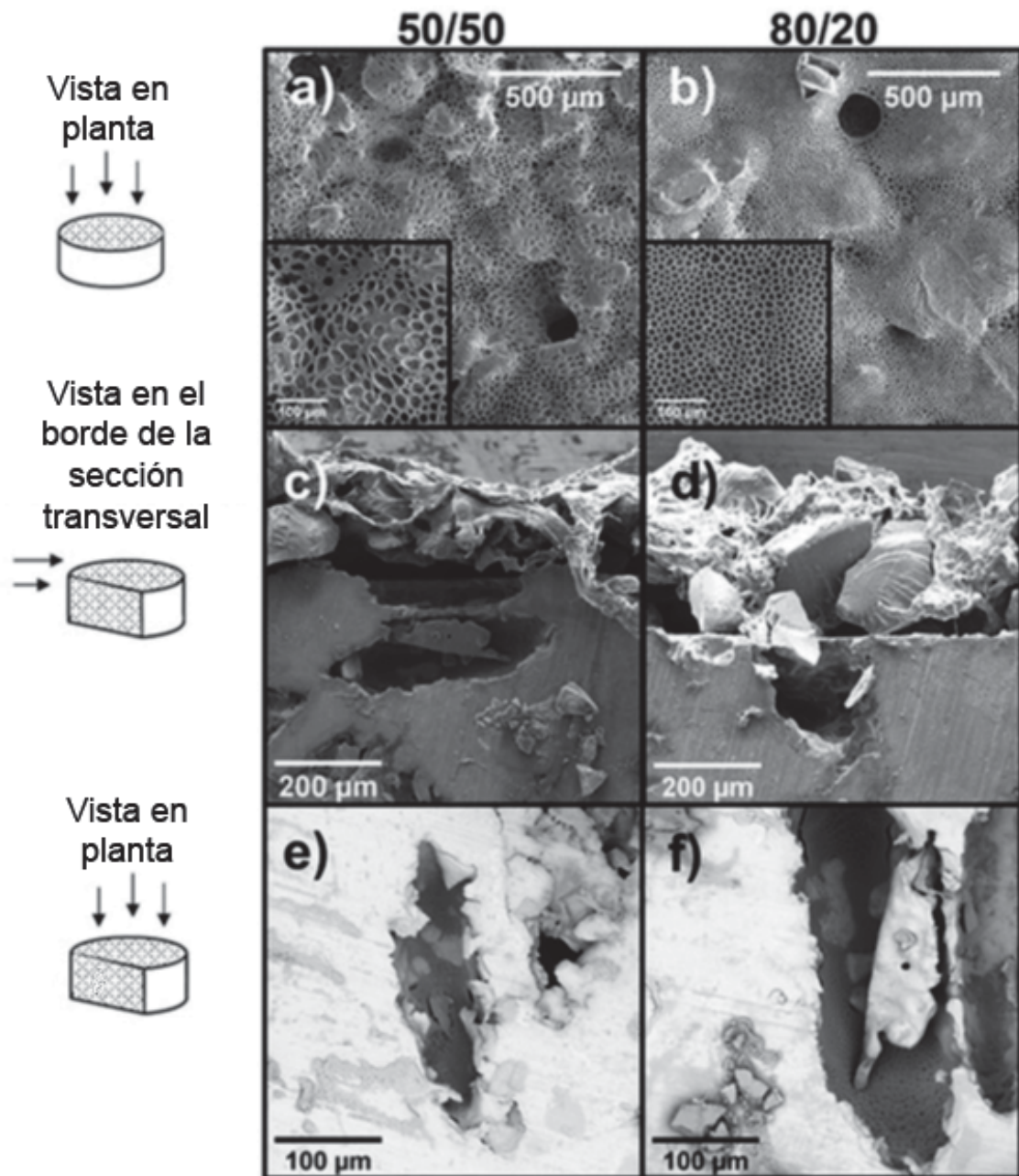
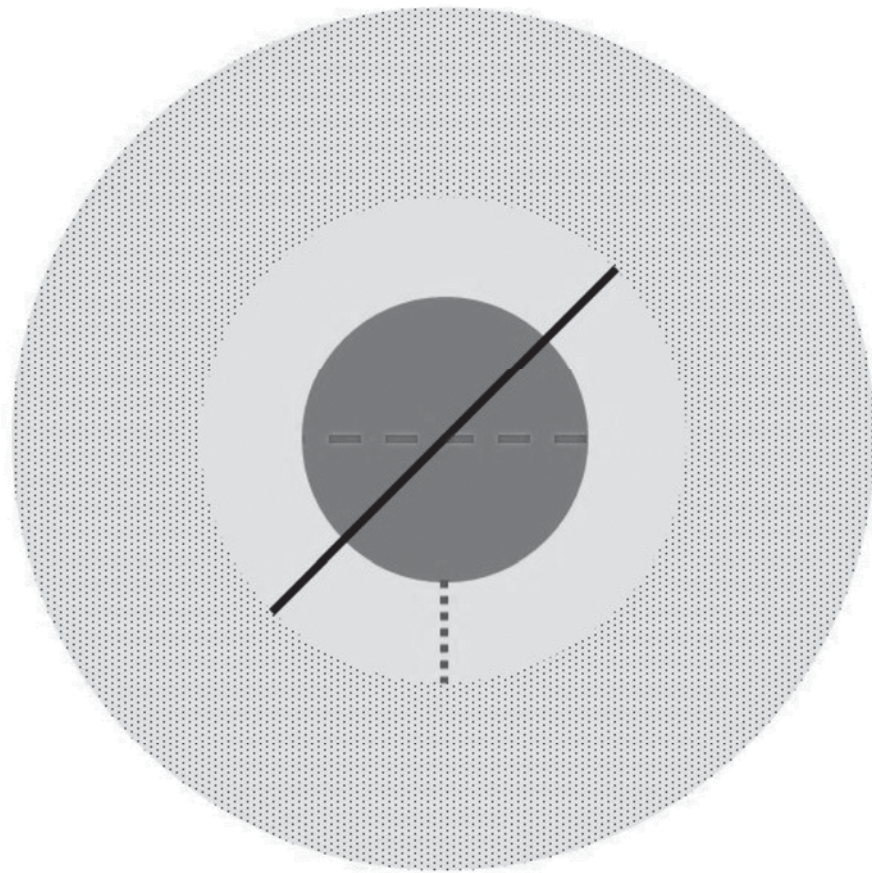




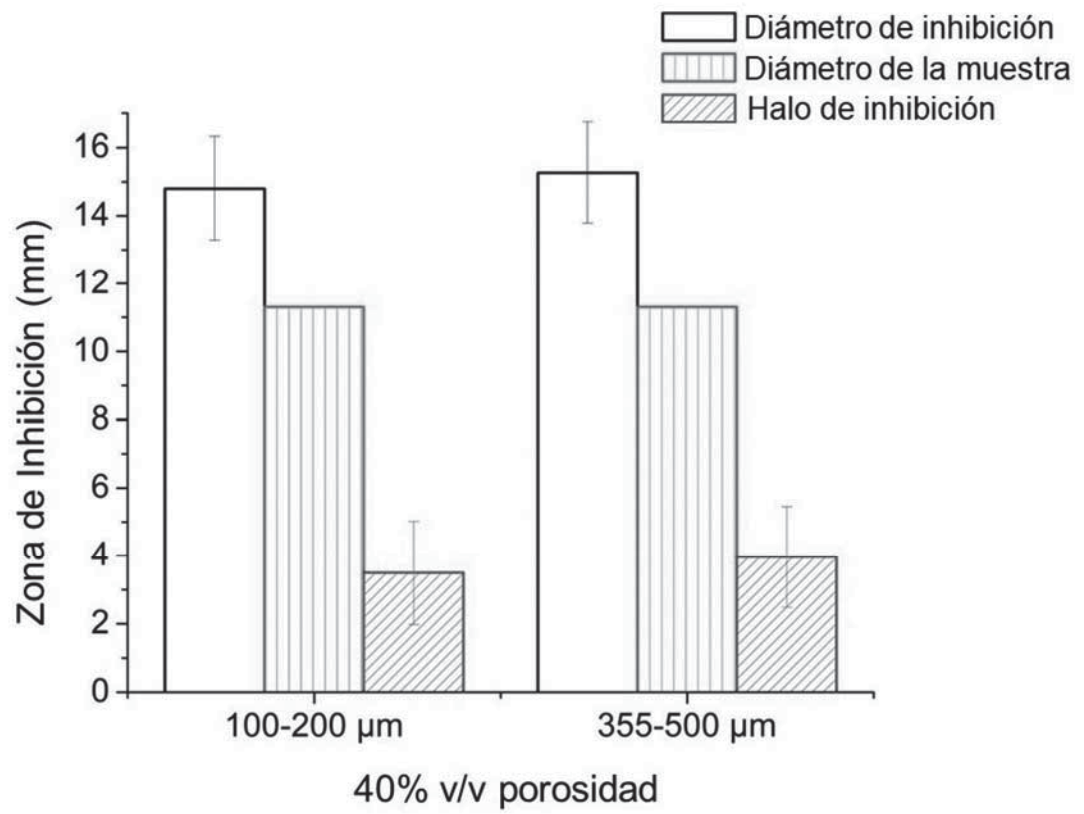
Fig. 7

(a)



- Diámetro de inhibición
- - - Diámetro de la muestra
- ..... Halo de inhibición

Fig. 7 Cont.



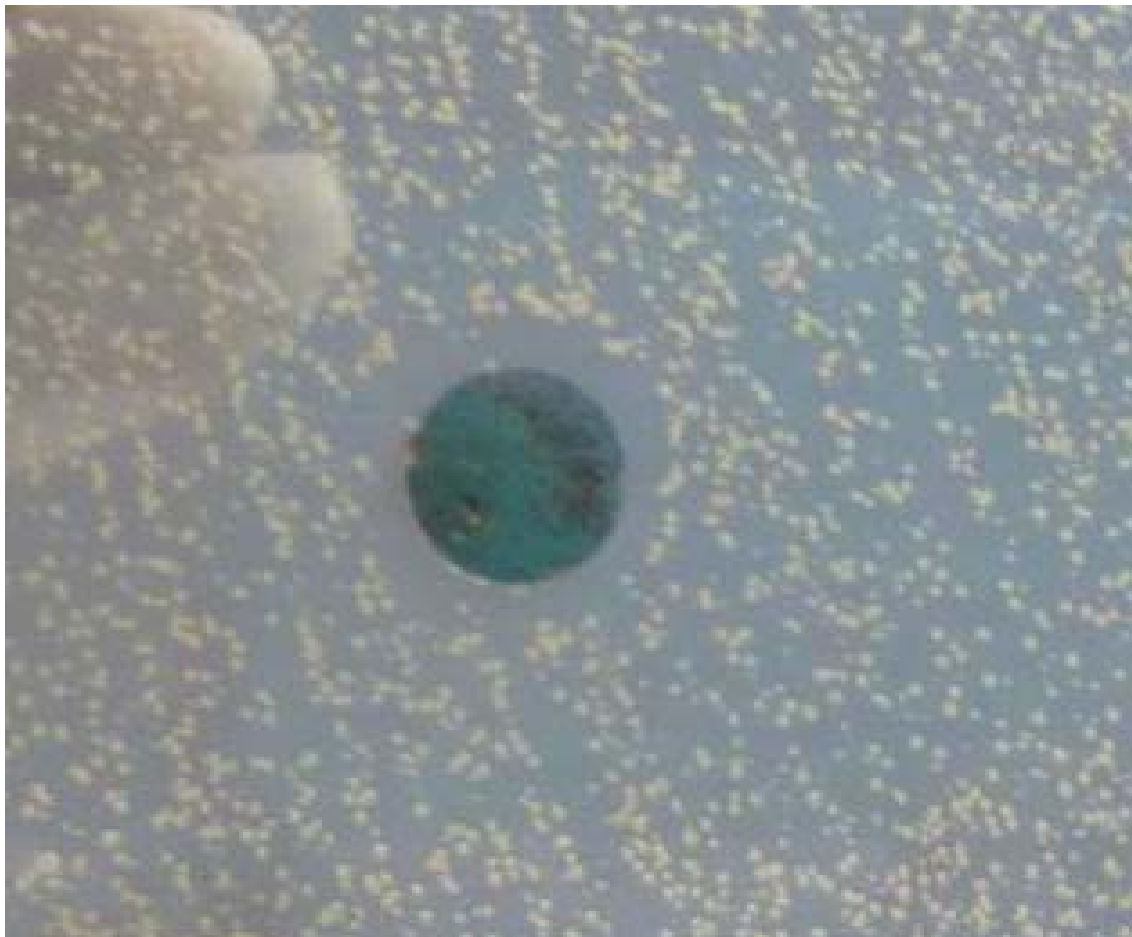
**Fig. 7 Cont.**

**c)**



**Fig. 7 Cont.**

d)





- ②① N.º solicitud: 202230666  
②② Fecha de presentación de la solicitud: 20.07.2022  
③② Fecha de prioridad:

## INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤① Int. Cl.: Ver Hoja Adicional

### DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤⑥ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
Y	TRUEBA <i>et al.</i> Surface and Coatings Technology, 04/01/2021, Vol. 408 [en línea][recuperado el 02/09/2022]. , <DOI: 10.1016/j.surfcoat.2020.126796>. Página 2, columna 2; Figura 3; Tabla 1.	1-12
Y	GAVIRIA <i>et al.</i> Metals, 23/04/2021, Vol. 692, Nº 11 [en línea] [recuperado el 02/09/2022]. , <DOI: https://doi.org/10.3390/>. Página 2.	1-5
A	ZIMMER. Catálogo, 01/01/2015 [en línea][recuperado el 02/09/25022]. Recuperado de Internet <URL: <a href="http://www.zimmerbiomet.co.il/filesystem/RESTOR-432%20TSV%20Catalog%204860%202014_R3%20(1).pdf">http://www.zimmerbiomet.co.il/filesystem/RESTOR-432%20TSV%20Catalog%204860%202014_R3%20(1).pdf</a> >. Página 6.	1-5
Y	LASCANO S <i>et al.</i> Applied Sciences March 2019 MDPI Switzerland. , 28/02/2019, Vol. 9, Nº 5, Páginas 982 (13 pp.) [en línea][recuperado el 02/09/2022]. , <DOI: doi:10.3390/app9050982>. Páginas 2 y 9.	6-12
A	BERRY C W <i>et al.</i> Implant dentistry United States Spring 1992. , 31/03/1992, Vol. 1, Nº 1, Páginas 59 - 65 [en línea][recuperado el 02/09/2022]. , ISSN 1056-6163 (Print), <DOI: pubmed:1288798>. Abstract.	6-12

#### Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

#### El presente informe ha sido realizado

☒ para todas las reivindicaciones

☐ para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe  
02.09.2022

Examinador  
C. González Valdespino

Página  
1/2



## CLASIFICACIÓN OBJETO DE LA SOLICITUD

**A61C8/00** (2006.01)

**A61C13/00** (2006.01)

A61C8/00 (2006.01)

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

A61C

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, EMBASE, INSPEC, COMPDX, BIOSIS, MEDLINE