

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 627 830**

51 Int. Cl.:

A61K 6/02 (2006.01)

C04B 41/82 (2006.01)

C04B 41/00 (2006.01)

C04B 41/46 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **23.12.2013 PCT/EP2013/003938**

87 Fecha y número de publicación internacional: **26.06.2014 WO14095089**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.12.2013 E 13823937 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.03.2017 EP 2934428**

54 Título: **Método para aumentar la resistencia de cerámicas.**

30 Prioridad:

22.12.2012 DE 102012025342

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

31.07.2017

73 Titular/es:

**METOXIT AG (100.0%)
Emdwiesenstrasse 6
8240 Thayngen, CH**

72 Inventor/es:

**KAMPFER, KONRAD y
ELMAZI, DENIS**

74 Agente/Representante:

VÁZQUEZ FERNÁNDEZ-VILLA, Concepción

ES 2 627 830 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 para aumentar la resistencia de cerámicas.

5 La invención se refiere a un método para aumentar la resistencia de cerámicas, en particular oxicerámicas, en particular para aplicaciones técnicas, médicas y dentales.

En el estado de la técnica existen diversas posibilidades para lograr un aumento de la resistencia de cerámicas. En la medicina dental, no solo la estética tiene gran importancia, sino que las propiedades mecánicas de las cerámicas desempeñan un papel decisivo. En otras aplicaciones médicas y técnicas la homogeneidad y la resistencia de las cerámicas es un criterio importante.

10 En el documento JP 02 153 880 A se describe un tratamiento con una solución colorante que contiene ácido cítrico aplicado a 15 baldosas calcinadas.

Una desventaja del estado de la técnica es que no se aprovecha completamente la máxima resistencia teórica posible de las cerámicas.

15 Por tanto, el problema de la presente invención es prever un método para aumentar la resistencia de cerámicas en el que la resistencia de las cerámicas se aumente respecto a la del estado de la técnica. Este resultado también puede lograrse de manera especialmente ventajosa con un menor consumo de energía.

20 En consecuencia, un problema de la presente invención es indicar un método para aumentar la resistencia de cerámicas en el que se obtenga un aumento de la resistencia a la flexión y de la fiabilidad, y por tanto una mejora de la resistencia útil.

Este problema se resuelve mediante un método para aumentar la resistencia de cerámicas conforme a la reivindicación 1.

Asimismo, este problema se resuelve mediante una cerámica conforme a la reivindicación 12.

25 Otras configuraciones ventajosas de la presente invención se indican en las reivindicaciones dependientes.

Según un aspecto de la invención hay previsto un método para aumentar la resistencia de cerámicas, en particular oxicerámicas, preferentemente de circonia, alúmina o sus mezclas, y muy preferentemente cerámicas dentales, comprendiendo los pasos siguientes:

- provisión de una cerámica presinterizada y

30 - tratamiento de la cerámica presinterizada con una solución de base de ácido carboxílico, preferentemente ácido cítrico, con una concentración de ácido carboxílico en la solución entre el 20 % y el 65 % en peso, preferentemente entre el 40 % y el 55 % en peso, y muy preferentemente de un 50 % en peso.

35 Una cerámica presinterizada es una pieza en verde o una pieza en bruto presinterizada, es decir, un cuerpo moldeado cerámico que ya ha recibido al menos un tratamiento térmico pero que no está todavía completamente sinterizado. Preferentemente el material de partida para la pieza en verde también puede tratarse con una solución de base de ácido carboxílico, preferentemente ácido cítrico, para a partir de ella elaborar el cuerpo moldeado, especialmente mediante prensado.

40 El tratamiento de la cerámica presinterizada con una solución de base de ácido carboxílico produce preferentemente una infiltración de la cerámica presinterizada con dicho ácido carboxílico, preferentemente ácido cítrico. La cerámica presinterizada así tratada presenta la propiedad de que en la sinterización final puede convertirse en un cuerpo cerámico sinterizado más estable con resistencia aumentada.

45 Preferentemente el método presenta adicionalmente la etapa de coloración de las cerámicas presinterizadas porosas con la solución de base de ácido carboxílico, preferentemente ácido cítrico; preferentemente la solución también comprende componentes colorantes.

La coloración de la cerámica solo influye mínimamente en la resistencia que adquiere la cerámica. Y viceversa, la resistencia que adquiere la cerámica tampoco influye en el proceso de coloración.

5 En una realización especialmente preferente de la invención, el método comprende la etapa de sinterización final (sinterización de acabado, sinterización de densidad máxima) de la cerámica presinterizada.

10 El proceso de sinterización de acabado recorre preferentemente varias etapas, durante las cuales se reduce notablemente la porosidad y el volumen de la pieza en verde. En la primera etapa a aprox. entre 1000 °C y 1200 °C se produce solo una precompactación de la pieza en verde, mientras que en la segunda etapa a aprox. entre 1200 °C y 1400 °C ya se reduce notablemente la porosidad abierta. La resistencia de los cuerpos sinterizados se establece en la tercera etapa, a aprox. entre 1400 °C y 1600 °C, una vez concluida la cual los cuerpos cerámicos están completa e íntegramente sinterizados, no presentan poros y adquieren su resistencia.

15 Sorprendentemente, en un método descrito según la invención se constató que en la tercera etapa la temperatura podía reducirse de 1450 °C a solo 1300 °C manteniéndose la resistencia aumentada y logrando el mismo grado de sinterización de densidad máxima. Por tanto preferentemente es posible renunciar a la tercera etapa de sinterización, puesto que el cuerpo cerámico ya se sinteriza completamente en la segunda etapa a aprox. 1300 °C.

Además, sorprendentemente se encontró que la resistencia de la cerámica con sinterización de acabado podía aumentarse notablemente mediante el tratamiento con ácido carboxílico.

20 Al mismo tiempo, además de garantizar la coloración de la cerámica es posible garantizar un aumento de la resistencia de la cerámica. La coloración de la cerámica solo influye mínimamente sobre la resistencia que adquiere la cerámica presinterizada, y viceversa.

25 En otra realización especialmente preferente de la invención las cerámicas son preferentemente cerámicas para aplicaciones de tecnología médica, en particular cerámicas dentales o cerámicas técnicas.

Las cerámicas técnicas son preferentemente cerámicas para tecnología de almacenamiento y obturación, para anillos de deslizamiento, para discos de junta, para cables de transmisión, para conformación de tubos, para recubrimientos duros, para la guía de hilos, para la conformación de fibras, para la fabricación de hilos, para utensilios de corte (cuchillas) y para la electrotécnica/electrónica.

30 La noción de cerámica comprende, además de los materiales utilizados para la fabricación de productos cerámicos y su procesado para producción de auténticas cerámicas (cerámica arcillosa, cerámica técnica, cerámica reforzada con fibra), los propios objetos moldeados y cocidos con cerámicas, que se utilizan como componentes, objetos de uso corriente y de adorno o como herramientas.

35 En una etapa previa al cuerpo sinterizado, una pieza en verde se presinteriza para formar un cuerpo cerámico denominado "pieza en bruto presinterizada". Una pieza en verde es una pieza que ha sido compactada mediante un proceso térmico antes de su utilización conforme. En la fabricación cerámica, en general la pieza en verde se elabora por vaciado, moldeado plástico o prensado. Mediante vaciado se pueden fabricar componentes complejos con fidelidad al molde; mediante moldeado plástico, por ejemplo extrusión, pueden fabricarse componentes a buen coste. Mediante prensado pueden fabricarse a buen coste grandes cantidades de piezas. En el presinterizado de las piezas en verde para realizar piezas en bruto presinterizadas se selecciona preferentemente una temperatura de 600°C a 1100°C.

Además de ácido carboxílico, la solución contiene preferentemente agua y/o alcoholes de estabilización. Esto permite tratar específicamente la cerámica presinterizada.

45 Los ácidos débiles solo se disocian parcialmente en agua; por el contrario, los ácidos fuertes se disocian completamente en agua. La constante de disociación ácida o el valor pKa es una medida de la fortaleza de un ácido. Cuanto menor sea el valor pKa, mayor es su acidez. El valor pKa es el logaritmo decimal negativo del valor de pH. Preferentemente, el ácido carboxílico presenta un valor de pH de 0,1 - 2,5, preferentemente de 0,4 a 1,2, y muy preferentemente de 0,8.

50 Los componentes colorantes contenidos en la disolución permiten alcanzar una buena distribución de los componentes en la solución. De este modo se consigue una cubrición homogénea del colorante durante la coloración de la cerámica.

Muy preferentemente los componentes colorantes están disueltos en el ácido carboxílico.

De este modo es posible una distribución específica de los componentes colorantes en el ácido carboxílico. Entonces, el ácido carboxílico enriquecido preparado con los componentes colorantes puede mezclarse en una solución acorde con las necesidades.

- 5 Preferentemente el método presenta la etapa de procesado de la cerámica presinterizada antes del tratamiento con una solución para producir cerámica para implantes.

10 Las cerámicas para implantes son coronas, puentes o elementos de unión para prótesis dentales. Las cerámicas para implantes se elaboran a partir de la pieza en bruto de cerámica presinterizada, antes del tratamiento con la solución. Preferentemente la elaboración es un proceso de torneado, fresado, perforado, esmerilado, pulido y/o tratamiento con chorro de arena, que confiere a la pieza en bruto su forma correspondiente.

De este modo es posible tratar con la solución la cerámica para implantes completamente fresada.

Muy preferentemente, el método presenta la etapa de coloración de la cerámica por inmersión en la solución.

- 15 El proceso de inmersión de la cerámica en la solución provoca en la cerámica un proceso de infiltración. La cerámica presinterizada presenta preferentemente una porosidad tal que permite que la solución penetre o se infiltre total o parcialmente en los poros existentes en el cuerpo cerámico hasta que la cerámica alcance la saturación necesaria.

20 Preferentemente, hasta que el proceso de infiltración ha concluido, el proceso de inmersión dura entre 3 minutos y 14 horas, dependiendo del tamaño o del espesor de pared de la cerámica.

Es especialmente ventajoso que la intensidad de color en la coloración con los correspondientes componentes de la solución solo depende de la concentración de la solución, y no, como en el estado de la técnica, del tiempo de inmersión.

25 Igualmente es especialmente ventajoso que la solución pueda infiltrarse parcial o totalmente en la cerámica porosa con masas por encima de 10 mm de grosor o de los correspondientes espesores de pared.

Asimismo es ventajoso que, una vez producida la saturación completa, la solución de infiltración permanezca en la cerámica porosa sin derramarse.

- 30 Muy preferentemente, el método presenta la etapa de aplicación a presión de la solución sobre la cerámica durante el proceso de inmersión.

35 La aplicación a presión de la solución sobre la cerámica durante la inmersión en la solución hace posible que la solución se introduzca o penetre a presión con mayor rapidez en la cerámica, de modo que puede acelerarse el proceso de infiltración. La aplicación a presión hace posible que la infiltración dure entre 0,5 minutos y 5 horas, dependiendo del tamaño de las cerámicas, lo que conlleva un acortamiento del proceso de infiltración.

Muy preferentemente, el método presenta la etapa de coloración individual de las cerámicas para implantes mediante un dispositivo de aplicación del color.

40 El dispositivo para aplicación del color es preferentemente un pincel, un lápiz o un aerosol. Ello permite colorear específicamente la cerámica presinterizada. Muy preferentemente puede realizarse sobre la cerámica una aplicación tornasolada del color.

Muy preferentemente, el método permite la etapa de tratamiento de las cerámicas presinterizadas con al menos otra solución diferente de la primera solución.

De este modo es posible aplicar a la cerámica un segundo componente de color sobre la primera capa.

45 De este modo la cerámica solo se infiltra preferentemente hasta que se alcanza un cierto grado de saturación, es decir, continúan existiendo poros libres. Después la cerámica se sumerge al menos en otra solución hasta que se alcanza una saturación parcial de la cerámica acorde con las necesidades o una saturación definitiva, es decir, hasta que no existen poros libres.

Este efecto conduce a una intensificación por capas de la coloración y a un aumento adicional de la resistencia si, por ejemplo, se emplea el ácido cítrico como primer ácido carboxílico.

5 Muy preferentemente los componentes colorantes son iones metálicos o complejos metálicos contenidos en la solución, que presentan las sales de Fe, Cr, Co, Mn, Cu, Pr, Er, Nd u otros óxidos colorantes de elementos del grupo de las tierras raras, preferentemente citrato de amonio férrico.

En experimentos se ha mostrado que las cerámicas pueden colorearse correctamente con óxidos o sales de Fe, Cr, Co, Mn, Cu, Pr, Er, Nd o con otros elementos adecuados para la coloración incluidos en el grupo de las tierras raras.

10 Para la coloración se emplea preferentemente citrato de amonio férrico, que puede obtenerse con buenos resultados. El citrato de amonio férrico está presente en la solución preferentemente con una concentración entre 1,5 % y 5,0 % en peso, y muy preferentemente de 2,5 % en peso.

Muy preferentemente, los iones metálicos están presentes en la solución con una concentración de 0.05 % en peso, y los complejos metálicos con una concentración de 40 % en peso.

15 De este modo es posible realizar una coloración homogénea o por capas de los componentes metálicos, incluso con alturas o espesores del componente notablemente grandes, de hasta 10 mm.

En experimentos se ha mostrado que con estos índices de iones metálicos y complejos metálicos se pueden obtener buenos resultados de coloración.

Muy preferentemente el ácido carboxílico es, entre otros, ácido acético, ácido butírico, ácido salicílico, ácido aconítico o ácido cítrico. También es posible emplear combinaciones y mezclas de estos ácidos.

20 Muy preferentemente, el ácido carboxílico es también un ácido oxálico, ácido fumárico, ácido benzoico, ácido nicotínico, ácido abiético, ácido oleico, ácido succínico, ácido maleico o un ácido pirrolidina-2-carboxílico, o mezclas de los mismos.

De este modo, con distintos ácidos carboxílicos pueden conseguirse aumentos similares de la resistencia de las diversas cerámicas.

25 Además, proveer diferentes ácidos carboxílicos con aditivos de componentes colorantes implica que las cerámicas se puedan diseñar con diferentes coloraciones.

La concentración de ácido carboxílico en la solución está entre el 20 % y el 65 % en peso, preferentemente entre el 40 % y el 55 % en peso, y muy preferentemente es del 50 % en peso.

30 Con una concentración entre 20 % y 65 % en peso se han podido obtener los mejores resultados de aumento de la resistencia y de coloración utilizando los ácidos carboxílicos mencionados. En el ejemplo del ácido cítrico como ácido carboxílico, con un valor de aprox. 50 % en peso pueden constatarse la máxima resistencia y la coloración más intensa.

35 Muy preferentemente, las cerámicas presinterizadas son materiales oxicerámicos de poro abierto, preferentemente 3Y-TZP-A, ATZ, Al_2O_3 de forma opaca y translúcida, cerámicas de dispersión o cerámicas aglutinadas en fase vítrea.

Los materiales oxicerámicos son sistemas monocomponente o sistemas multicomponente.

Los sistemas monocomponente constan preferentemente de alúmina, óxido de magnesio, circonia u óxido de titanio.

40 Los sistemas multicomponente constan preferentemente de titanato de aluminio (forma mixta de alúmina y óxido de titanio), Mullit (forma mixta de alúmina y óxido de silicio), titanato circonato de plomo (piezocerámica), o de cerámicas de dispersión, como alúmina endurecida con circonia (ZTA - Zirconia Toughened Aluminum Oxide) - Al_2O_3/ZrO_2 o circonia endurecida con alúmina (ATZ - Alumina Toughened Zirconia).

45 Otras cerámicas preferentes contienen fases vítreas con las que se reduce la temperatura de sinterización. Al mismo tiempo, en esas cerámicas se reduce también la resistencia.

Por otro lado, una cerámica con contenido medio o alto de circonia se caracteriza por su alta o superior resistencia. (Ejemplos: ZTA, Zirconia Toughened Alumina, 80% Al_2O_3 , 20% ZrO_2 , resistencia hasta 1300 MPa; ATZ, Alumina Toughened Zirconia, 80% ZrO_2 , 20% Al_2O_3 , resistencia hasta 2000 MPa).

5 Preferentemente la porosidad de las cerámicas es de aprox. 10 % - 50 % en volumen, y muy preferentemente de 45 % en volumen. Con una porosidad del 45 % en volumen se han obtenido buenos resultados en experimentos.

Muy preferentemente las cerámicas presinterizadas son cerámicas de poro abierto traslúcidas o de poro abierto opacas.

10 Debido a su porosidad, las cerámicas de poro abierto presentan la capacidad de incorporar por absorción una solución de base de ácido carboxílico. Este efecto de incorporación dura hasta que la cerámica alcanza su saturación.

Las cerámicas traslúcidas son aquellas que presentan transparencia.

La propiedad recíproca de la transparencia es la opacidad. Por tanto, si un material posee una gran transparencia, tiene poca opacidad, y viceversa.

15 Por ello, en la fabricación de cerámicas pueden obtenerse diferentes grados de transparencia utilizando cerámicas traslúcidas u opacas.

Muy preferentemente las cerámicas se colorean homogéneamente, por capas o con gradiente de color.

Sumergiendo al menos parcialmente las cerámicas en diferentes soluciones colorantes de infiltración es posible colorear en varias etapas por capas las cerámicas presinterizadas.

20 La coloración sin límites de color se adquiere en el proceso de inmersión en una solución colorante de infiltración.

Se logra un gradiente de color con sucesivas inmersiones de las cerámicas en distintas soluciones colorantes de infiltración.

25 Conforme a otro aspecto de la invención está prevista una cerámica presinterizada que después de la presinterización ha sido infiltrada con una solución de base de ácido carboxílico, preferentemente ácido cítrico, con una concentración de ácido carboxílico en la solución entre el 20 % y el 65 % en peso, preferentemente entre el 40 % y el 55 % en peso, y muy preferentemente de un 50 % en peso.

30 De este modo se provee una cerámica presinterizada que ha sido tratada con una solución de base de ácido carboxílico. La cerámica presinterizada presenta preferentemente una porosidad tal que permite que la solución penetre o se infiltre total o parcialmente en los poros existentes en el cuerpo cerámico, de modo que pueda producirse un proceso de infiltración.

Una cerámica presinterizada de ese modo presenta solo un ligero aumento de resistencia, con o sin coloración, frente a una cerámica presinterizada conocida por el estado de la técnica.

35 Por el contrario, la resistencia de una cerámica tratada con ácido carboxílico y sinterizada posteriormente hasta la densidad máxima puede más que duplicarse tras la sinterización hasta la densidad máxima en comparación con cerámicas no tratadas con el método.

Otras ventajas y particularidades de la invención se explican basándose en los ejemplos de realización representados en las figuras.

Las figuras muestran en concreto lo siguiente:

40 la figura 1 un diagrama de la resistencia característica a la flexión σ_0 de tres probetas cerámicas A, B y C de circonia con una proporción de alúmina de 0,05 % en peso;

la figura 2 un análisis de Weibull de una probeta no infiltrada con una proporción de alúmina de 0,05 % en peso;

45 la figura 3 un análisis de Weibull de una probeta infiltrada sin coloración con una proporción de alúmina de 0,05 % en peso;

la figura 4 un análisis de Weibull de una probeta infiltrada con coloración con una proporción de alúmina de 0,05 % en peso;

la figura 5 una comparación de las densidades de probetas infiltradas y probetas cerámicas no infiltradas de la figura 1;

5 la figura 6 las resistencias de cerámicas sin tratar y de cerámicas traslúcidas infiltradas o infiltradas y coloreadas de la figura 1, y

la figura 7 los módulos de Weibull de cerámicas traslúcidas de circonia de la figura 1, no infiltradas, infiltradas e infiltradas/coloreadas.

10 En la figura 1 se representa un diagrama de la resistencia característica a la flexión σ_0 de tres probetas cerámicas A, B y C de circonia con una proporción de alúmina de 0,05 % en peso.

15 Las piezas en bruto de circonia de alta transparencia utilizadas preferentemente en la medicina dental o en ámbitos técnicos en la actualidad se diferencian por una reducción de la proporción de alúmina, entre 0,05 % y 0,1 % en peso, en comparación con las de 3-Y-TZP-A opacas, con un 0,25 % en peso de Al_2O_3 . Frente a las resistencias a la flexión típicas de la ZrO_2 opaca, de aprox. 1200 MPa, la resistencia a la flexión típica de la ZrO_2 traslúcida es menor, aprox. 800 - 1000 MPa.

Los materiales de partida traslúcidos estudiados aquí (probetas con denominación REF) están definidos por las proporciones de alúmina de 0,05 % en peso (probeta REF 0.05). Las resistencias del material de partida alcanzan 1052 MPa con módulos de Weibull m_{cor} de 8,56. El nivel de confianza es en cada caso de 90 %.

20 Los materiales traslúcidos sometidos a una infiltración llevan las denominaciones RB 0,05 (0,05 % Al_2O_3).

25 Se estudia la influencia de la infiltración RB de cerámica porosa presinterizada sobre la resistencia tras la sinterización final. En comparación con los ensayos estáticos de resistencia biaxial (bola frente a 3 bolas, similar a ISO 6872) con las probetas denominadas REF se muestra un aumento de la resistencia hasta 2532 MPa debido a la infiltración RB.

Para los estudios se utilizaron 30 probetas de ensayo de discos normalizados de la empresa Metoxit AG (discos Z-CAD HD 99-14 HTL de idéntico material de circonia), en los que REF designa las probetas de ensayo no infiltradas de calidad estándar y RB las probetas infiltradas.

30 Las probetas de ensayo para determinar la resistencia se cortaron en seco de los discos presinterizados y se separaron en plaquitas (14,0 x 14,0 x 1,5 mm). La evaluación se realiza según ISO 6872.

Como resultado puede constatarse que el método de infiltración RB aumenta considerablemente la resistencia en el ensayo estático de rotura por flexión.

Los experimentos han mostrado también que la infiltración no repercute negativamente sobre la densidad.

35 En la figura 2 se representa un análisis de Weibull de una probeta no infiltrada con una proporción de alúmina de 0,05 % en peso.

La resistencia en el método biaxial B3B es 1052 MPa, y el módulo de Weibull $m = 8,56$.

40 En sí misma, la distribución de Weibull es una distribución de probabilidad continua en el conjunto de los números reales positivos que se utiliza (por ejemplo en el aseguramiento de la calidad) para describir vidas útiles y frecuencias de fallo, por ejemplo de materiales (frágiles).

La distribución de Weibull puede utilizarse para describir tasas de fallos crecientes, constantes y decrecientes de sistemas técnicos. En la práctica la distribución de Weibull es, junto con la distribución exponencial (caso especial de la más general distribución de Weibull), la distribución de vida útil utilizada con más frecuencia. Es deseable un módulo de Weibull alto.

45 En la figura 3 se representa un análisis de Weibull de una probeta infiltrada sin coloración con una proporción de alúmina de 0,05 % en peso.

La resistencia en el método biaxial B3B es 2532 MPa, y el módulo de Weibull $m = 15,37$.

En la figura 4 se representa un análisis de Weibull de una probeta infiltrada con coloración con una proporción de alúmina de 0,05 % en peso.

La resistencia en el método biaxial B3B es 2247 MPa, y el módulo de Weibull $m = 11,79$.

5 La figura 5 muestra una comparación de las densidades de las probetas infiltradas y probetas cerámicas no infiltradas de la figura 1.

Todas las probetas A, B y C presentan la misma densidad, $6,09 \text{ g/cm}^3$. Los experimentos han mostrado que ni la infiltración ni la coloración repercuten negativamente sobre la densidad.

En la figura 6 se representan las resistencias de cerámicas sin tratar y de cerámicas traslúcidas infiltradas o infiltradas y coloreadas de la figura 1.

10 Aquí se muestran las resistencias de cerámicas sin tratar con denominaciones REF 0,05, así como las resistencias de cerámica traslúcida infiltrada (denominación RB) o infiltrada y coloreada (denominación RB + color).

En la figura 7 se representan los módulos de Weibull de las cerámicas traslúcidas de circonia de la figura 1, no infiltradas, infiltradas e infiltradas/coloreadas.

15 El módulo de Weibull es una medida de la homogeneidad, y por tanto de la fiabilidad, respecto a la resistencia de las cerámicas. Por ello es deseable un índice de resistencia alto con un módulo de Weibull alto. Los módulos de Weibull de probetas infiltradas son notablemente más altos que los de las no infiltradas, lo que conlleva que la fiabilidad de las cerámicas infiltradas aumenta extraordinariamente en comparación con la de las cerámicas no infiltradas.

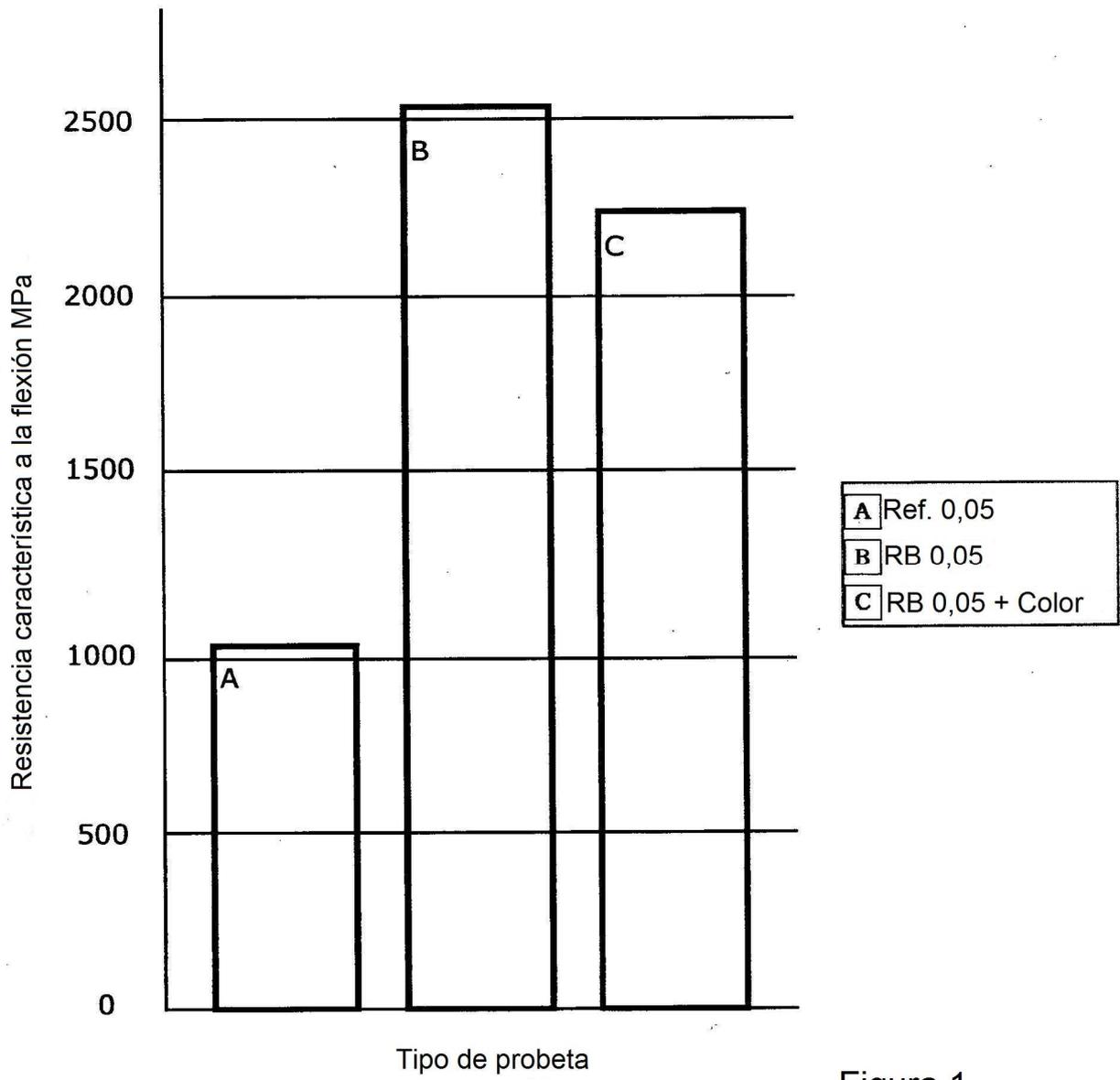
20 Por tanto se muestra que utilizando ácidos carboxílicos concentrados fuertes se proporciona un método con el que pueden tratarse componentes cerámicos en estado presinterizado de manera que pueden incrementarse enormemente las resistencias mecánicas y las fiabilidades en el estado de sinterización a densidad máxima. La coloración opcional de las cerámicas presinterizadas apenas influye en el aumento de la resistencia de las cerámicas completamente sinterizadas.

25 Asimismo los estudios muestran que las cerámicas infiltradas, en particular las cerámicas mixtas de circonia y alúmina, alcanzan la densidad teórica, y por tanto la sinterización definitiva de densidad máxima, con una menor temperatura de sinterización de la que se conocía anteriormente con carácter general.

30 Asimismo se constata un notable aumento de la resistencia incluso en cerámicas de alúmina de alta pureza infiltradas.

REIVINDICACIONES

1. Método para aumentar la resistencia de cerámicas, en particular oxicerámicas, preferentemente de circonia, alúmina o sus mezclas, comprendiendo las etapas siguientes:
- provisión de una cerámica presinterizada y
- 5 - tratamiento de la cerámica presinterizada con una solución de base de ácido carboxílico, preferentemente ácido cítrico, con una concentración de ácido carboxílico en la solución entre el 20 % y el 65 % en peso, preferentemente entre el 40 % y el 55 % en peso, y muy preferentemente de un 50 % en peso.
2. Método para aumentar la resistencia de cerámicas, según la reivindicación 1, que además comprende la etapa
- 10 - sinterizado final de la cerámica presinterizada que ha sido tratada con la solución de base de ácido carboxílico.
3. Método para aumentar la resistencia de cerámicas, según una de las reivindicaciones anteriores, en el que las cerámicas son cerámicas dentales o cerámicas técnicas.
- 15 4. Método para aumentar la resistencia de cerámicas, según una de las reivindicaciones anteriores, que además comprende la etapa
- mecanizado de la cerámica presinterizada antes del tratamiento con una solución para producir una cerámica para implantes.
- 20 5. Método para aumentar la resistencia de cerámicas, según una de las reivindicaciones anteriores, que además comprende la etapa
- tratamiento de la cerámica por inmersión en la solución.
6. Método para aumentar la resistencia de cerámicas, según la reivindicación 5, que además comprende la etapa
- aplicación a presión de la solución sobre la cerámica durante el proceso de inmersión.
- 25 7. Método para aumentar la resistencia de cerámicas, según una de las reivindicaciones anteriores, que además comprende la etapa
- tratamiento de la cerámica presinterizada con al menos otra solución diferente de la primera solución.
8. Método para aumentar la resistencia de cerámicas, según una de las reivindicaciones anteriores, en el que el ácido carboxílico es un ácido acético, ácido butírico, ácido salicílico, ácido aconítico o ácido cítrico.
- 30 9. Método para aumentar la resistencia de cerámicas, según una de las reivindicaciones anteriores, en el que las cerámicas presinterizadas son materiales oxicerámicos de poro abierto, preferentemente 3Y-TZP-A, ATZ, Al₂O₃ de forma opaca y traslúcida, cerámicas de dispersión o cerámicas aglutinadas en fase vítrea.
10. Método para aumentar la resistencia de cerámicas, según una de las reivindicaciones anteriores, en el que la solución contiene componentes colorantes.
- 35 11. Método para aumentar la resistencia de cerámicas, según una de las reivindicaciones anteriores, que además comprende la etapa
- aplicación a la cerámica de componentes colorantes en forma diluida mediante inmersión o infiltración con o sin aplicación a presión.
- 40 12. Cerámica presinterizada que después de la presinterización ha sido infiltrada con una solución de base de ácido carboxílico, preferentemente ácido cítrico, con una concentración de ácido carboxílico en la solución entre el 20 % y el 65 % en peso, preferentemente entre el 40 % y el 55 % en peso, y muy preferentemente de un 50 % en peso.



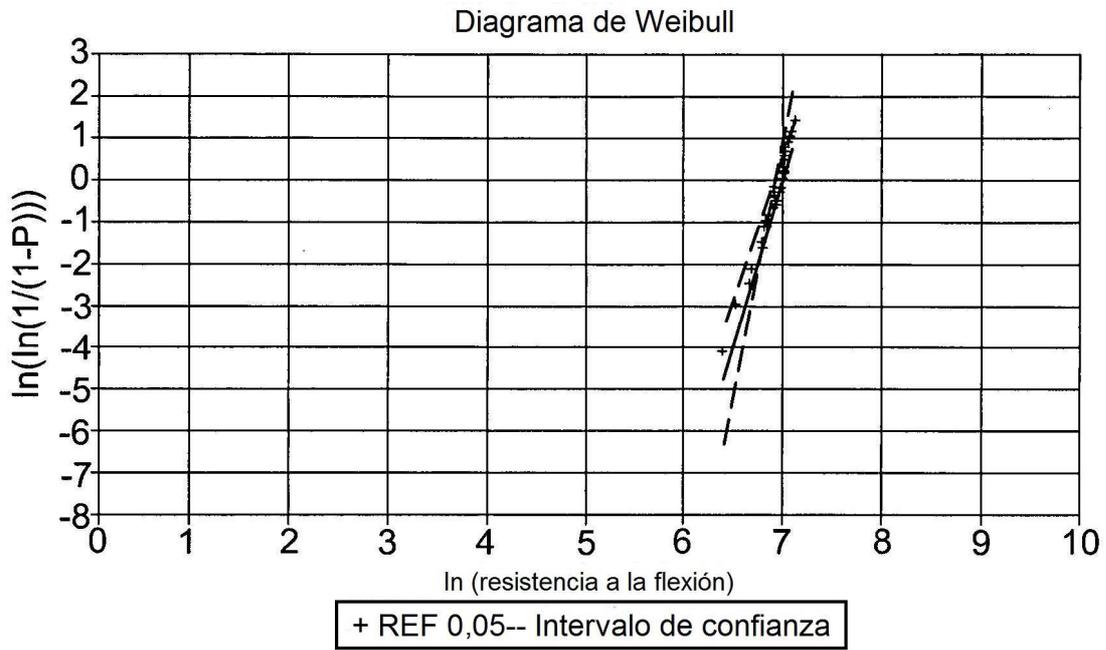


Fig. 2

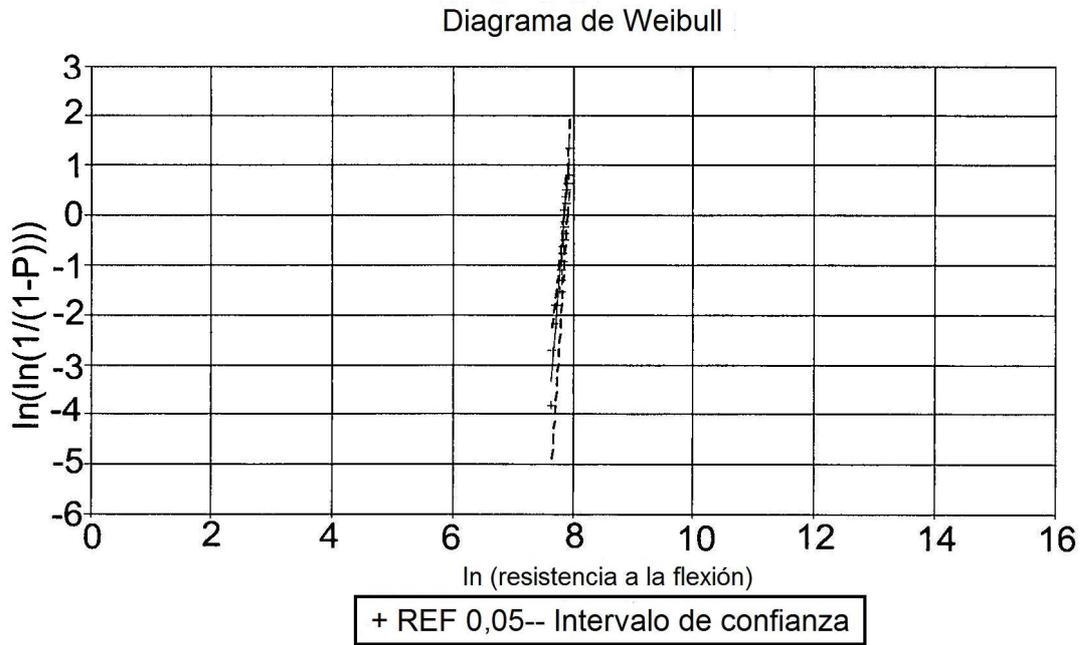


Fig. 3

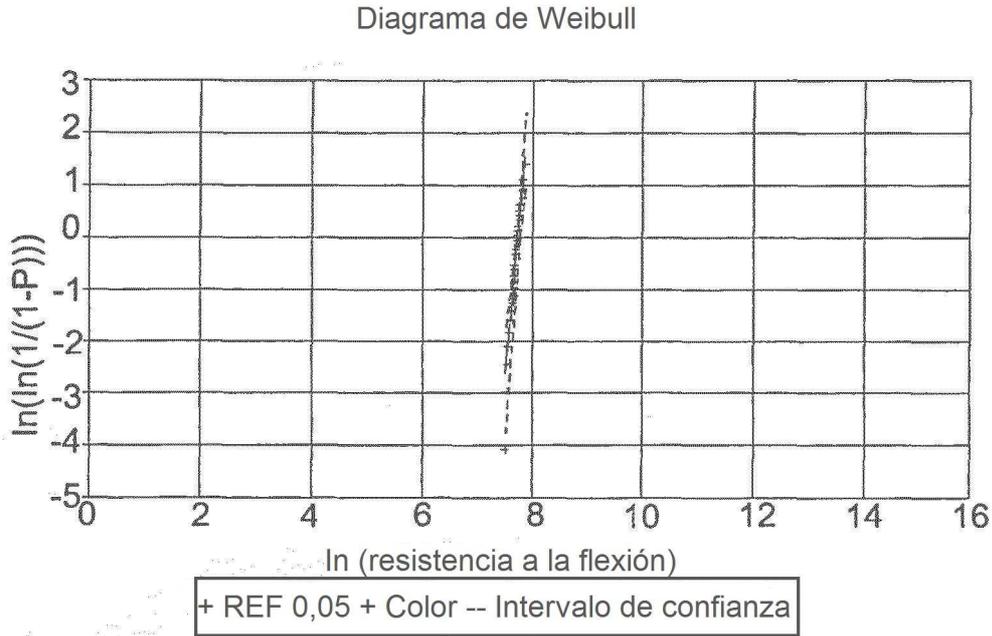


Fig. 4

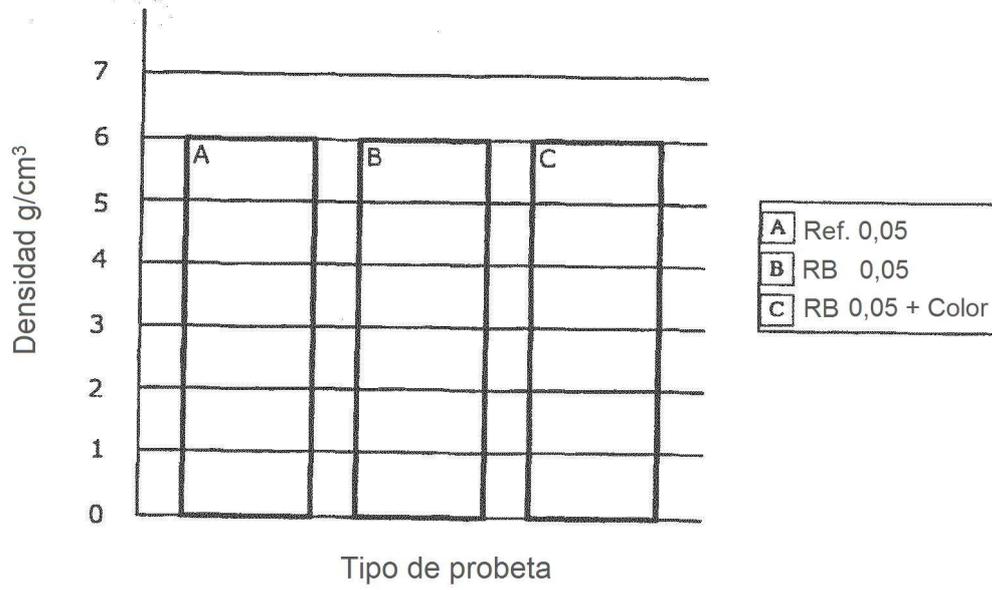


Figura 5

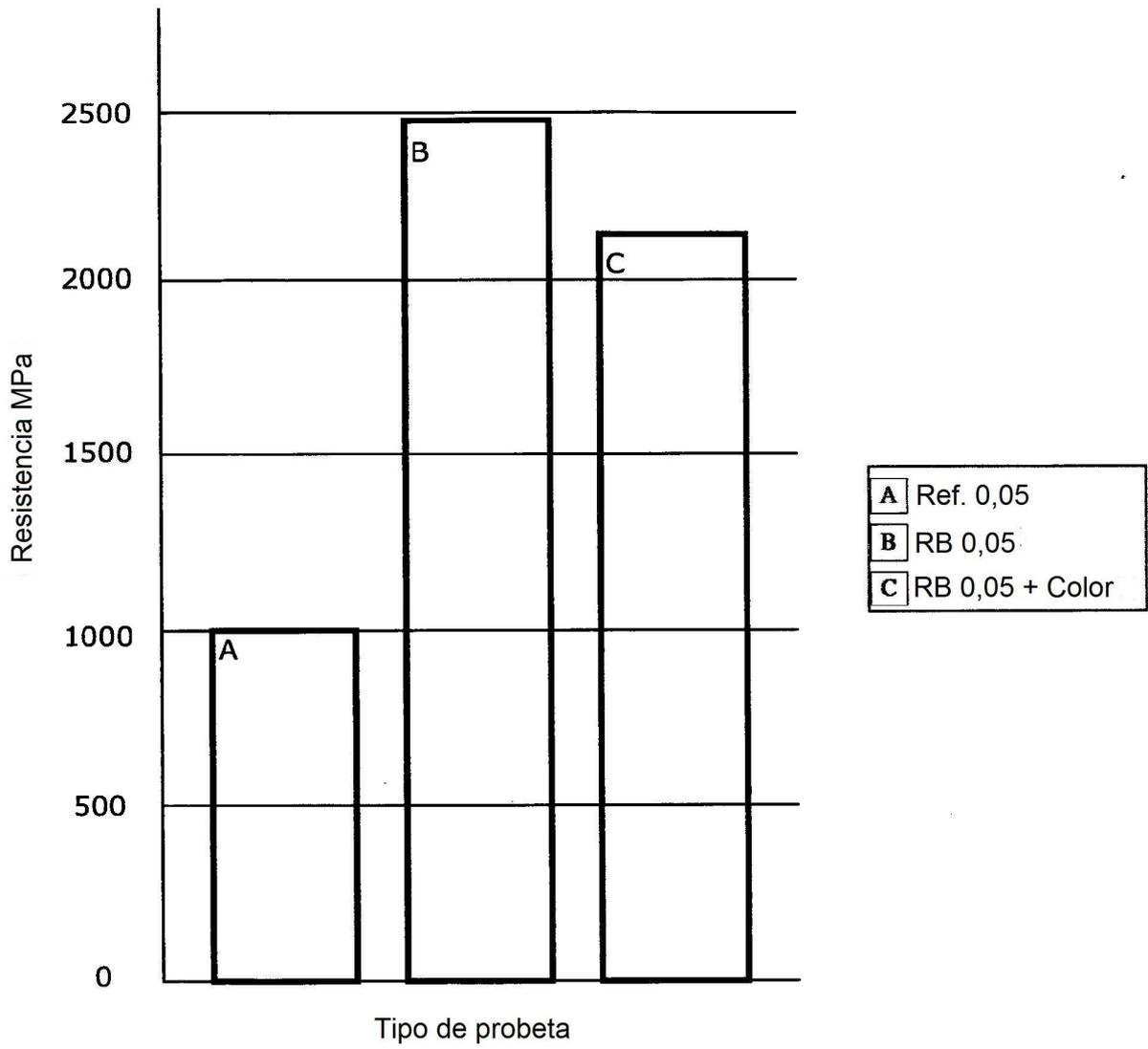


Figura 6

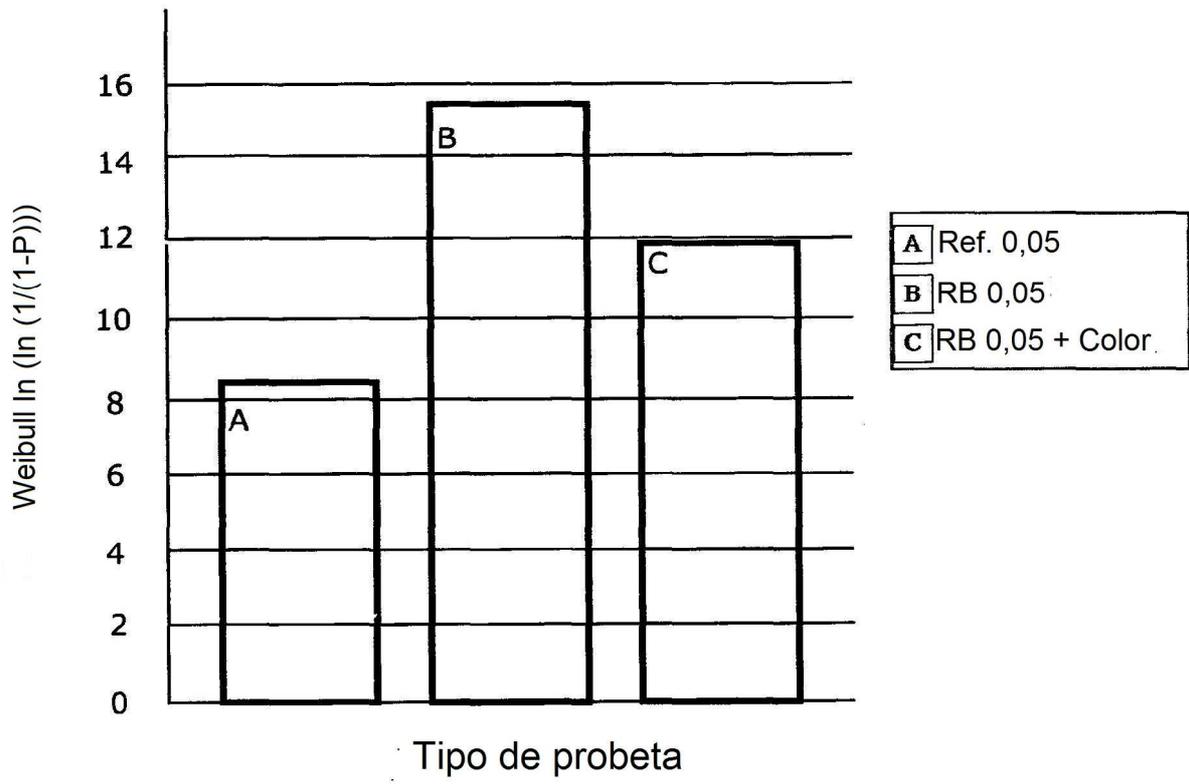


Figura 7