

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 785 642**

51 Int. Cl.:

A61C 13/00 (2006.01)

C04B 35/486 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **23.12.2016 PCT/EP2016/082536**

87 Fecha y número de publicación internacional: **06.07.2017 WO17114777**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.12.2016 E 16826053 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.01.2020 EP 3397194**

54 Título: **Método para producir un cuerpo moldeado**

30 Prioridad:

28.12.2015 DE 102015122857

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

07.10.2020

73 Titular/es:

**DENTSPLY SIRONA INC. (50.0%)
Susquehanna Commerce Center, 221 West
Philadelphia Street, Suite 60
York, PA 17401, US y
DEGUDENT GMBH (50.0%)**

72 Inventor/es:

**WONDRACZEK, LOTHAR y
MÜLLER, LENKA**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 785 642 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 producir un cuerpo moldeado

5 La invención se refiere a un método para la producción de un cuerpo moldeado. La invención también se refiere a un cuerpo moldeado sinterizado, en particular, en la forma de una restauración dental, como una construcción de armazón dental, corona, corona parcial, puente, funda, carilla, pilar o perno.

Se usa dióxido de circonio en el sector dental principalmente como material estructural para coronas y puentes para que se den altas exigencias con respecto a la resistencia del material.

10 En la Patente Internacional WO 99/47065 A1 se describe un método para la producción de un reemplazo dental que puede ajustarse a un muñón dental preparado previamente a base de un blanco de dióxido de circonio. El blanco es un disco de dióxido de circonio presinterizado del que deriva un reemplazo dental de la correspondiente forma, teniendo en cuenta el comportamiento de contracción durante la sinterización o sinterización final. La presinterización se lleva a cabo a una temperatura entre 850°C y 1000°C, en particular en el intervalo de 850°C a 900°C, en donde la etapa de tratamiento térmico para esto se lleva a cabo durante un periodo de tiempo entre 100 minutos y 150 minutos. Se conoce un material inorgánico/material compuesto inorgánico y un método para su producción a partir de la Patente Internacional WO 2005/070322 A1. Para derivar el material compuesto se deriva una parte del molde cerámico de óxido cristalino de poro abierto a partir de un polvo cerámico de óxido de ZrO_2 (dióxido de circonio) siguiendo el tratamiento que proporciona la forma y la presinterización con una sustancia de infiltración aplicada a dicha parte del molde cerámico de óxido a vacío a temperatura ambiente y el producto cerámico de óxido sinterizado al aire atmosférico y a presión atmosférica para proporcionar el material inorgánico - material compuesto inorgánico. Estas medidas se destinan a proporcionar un efecto estético mejorado.

En la Patente Alemana DE 38 74 006 T2 (Patente de EE.UU. 5 180 696 A) se describe un cuerpo sinterizado de ZrO_2 de alta tenacidad que tiene una relación de transformación inducida por estrés del 25% o más, que consiste esencialmente en un porcentaje del 40% al 90%, en volumen, de ZrO_2 que contiene un porcentaje del 0,1% al 3%, en moles, de Nd_2O_3 y un porcentaje del 0,5% al 3,5%, en moles, de Y_2O_3 como estabilizantes.

25 En la Patente Alemana DE 10 2008 026 980 A (Patente Internacional WO 2009/146804 A1) se hace referencia a un método para colorear productos cerámicos porosos, en donde el producto cerámico se trata con al menos una primera disolución que contiene iones metálicos. En al menos una etapa adicional los iones metálicos insertados en el producto cerámico para coloración se inmovilizan mediante una segunda disolución por al menos una reacción química de precipitación.

30 Es un objeto de la presente invención proporcionar un método para la producción de un cuerpo moldeado, en particular para una restauración dental que presente una alta resistencia.

El objeto se consigue, entre otros, por un método para producir un cuerpo moldeado, que comprende al menos las siguientes etapas del método:

35 a) Producción de un blanco con una porosidad abierta por presión y tratamiento del material que puede verse en una primera etapa de tratamiento térmico, conteniendo o comprendiendo dicho material un primer óxido de metal, según lo cual el óxido de metal es dióxido de circonio o al menos un polvo de óxido de metal del grupo que comprende: Al_2O_3 , TiO_2 , CeO_2 , MgO , Y_2O_3 y se usa cristal mixto de dióxido de circonio $Zr_{1-x}Me_xO_2(\frac{4n}{2})_x$ en el material que puede verse, en donde Me es un metal que está presente en forma de óxido como catión bivalente, trivalente o tetravalente ($n = 2, 3, 4$ y $0 \leq x \leq 1$) y estabiliza la fase tetragonal y/o cúbica del dióxido de circonio.

40 b) Infiltración del blanco con fluido de infiltración, que contiene un precursor del óxido metálico,

c) Precipitación de hidróxido del metal del fluido de infiltración por tratamiento del blanco con una disolución básica,

d) Formación de óxido de metal a partir del hidróxido por tratamiento del blanco en una segunda etapa de tratamiento térmico, en donde

45 e) el blanco se trata antes o después de la segunda etapa de tratamiento térmico para conseguir una forma que corresponda a la del cuerpo moldeado.

En este caso, la segunda etapa de tratamiento térmico, en particular, es aquella en la que el blanco está completamente sinterizado o sinterizado final o si es necesario sobresinterizado para proporcionar su densidad final. La sinterización final o sinterización completa significa que la sinterización tiene lugar a una temperatura que se conoce para el material de partida que puede verse, por ejemplo, a partir de los datos del fabricante. Sobresinterización significa que la sinterización se lleva a cabo a una temperatura más alta que es del 5% al 10% por encima de la temperatura usada habitualmente para la sinterización final o la sinterización completa.

En particular, se proporciona que el material que puede verse usado sea uno en el que el óxido de metal después de la segunda etapa de tratamiento térmico y enfriamiento a temperatura ambiente contiene una primera fase cristalina

estabilizada de al menos el 50%, en particular al menos el 80%, preferiblemente al menos el 95% estabilizada.

En particular, se proporciona que un material que contenga dióxido de circonio se use como material que puede verterse y el blanco producido a partir de ahí presente una matriz de dióxido de circonio tetragonal estabilizado a temperatura ambiente.

- 5 Para este fin, el material que puede verterse, en particular, contiene además de dióxido de circonio, un dopante en forma de óxido de itrio (Y_2O_3), óxido de calcio (CaO), óxido de magnesio (MgO) u óxido de cerio (CeO_2), en donde el óxido de circonio en particular contiene óxido de itrio (Y_2O_3) en el intervalo del 4,5% en peso al 7,0% en peso.

El blanco presinterizado se filtra usando un fluido de infiltración que es un precursor para formar el óxido de metal como el que también corresponde al del material que puede verterse, pero cuando sea necesario sin dopar.

- 10 Cuando se usa dióxido de circonio, el dióxido el circonio embebido en la matriz del blanco está al menos parcialmente en forma de cristal monoclinico, que tiene un volumen del 3% al 5% mayor que el de la forma cristalina tetragonal, es decir, el volumen de la forma cristalina del dióxido de circonio tetragonal es menor que el del dióxido de circonio monoclinico.

- 15 La infiltración del blanco con el fluido de infiltración se lleva a cabo preferiblemente de manera que el blanco se coloque en primer lugar en una cámara de muestras en la que hay una presión negativa de, por ejemplo, -0,07 MPa (-0,7 bar) por debajo de la presión atmosférica. Después se coloca el blanco en el fluido de infiltración a esta presión negativa, conteniendo el fluido un precursor del hidróxido de metal que se forma, a partir del cual se forma el dióxido de metal. La cámara de muestras se descarga después de manera que el fluido de infiltración se presione en el blanco de una manera controlada. Este procedimiento de infiltración se lleva a cabo durante un periodo de al menos 10 a 20 minutos, preferiblemente durante un tiempo entre 25 y 50 minutos a presión normal y preferiblemente a temperatura ambiente.

- 20 Después de la infiltración y el secado del blanco, se pone después el último en una disolución básica que es, por ejemplo, una disolución de NH_4OH o una disolución de $NaOH$ u otra disolución básica, en particular con un valor de $pH > 8$. Con esta disolución, el blanco se filtra durante un periodo de preferiblemente al menos 10 minutos, en particular aproximadamente una hora, de manera que se provoca la formación del hidróxido de metal en los poros del blanco a temperatura ambiente. Con posterioridad, se seca el flanco y después se sinteriza para obtener la densidad final. Esto se puede llevar a cabo por medio de la denominada sinterización final o sinterización completa o por sobresinterización. Lo último se lleva a cabo a una temperatura de aproximadamente el 5% al 10% por encima de la temperatura que se usa habitualmente para la sinterización completa o sinterización final y la especifican los fabricantes de los correspondientes polvos para sinterizar. Con la sobresinterización, el tiempo de sinterización
- 25 corresponde a los datos del fabricante para la sinterización completa o final.

- 30 En particular, el blanco debería infiltrarse con una disolución de NH_4OH del 45% al 55%, preferiblemente con una disolución de NH_4OH al 51,5% (corresponde a NH_3 al 25% en 100 g de disolución) o una disolución de $NaOH$ del 15% al 25%, en particular una disolución de $NaOH$ al 20%.

La infiltración con la disolución básica debería llevarse a cabo, de ese modo, a temperatura ambiente.

- 35 Para asegurar una distribución isotrópica del dióxido de metal, en particular dióxido de circonio, que se tiene que formar, la invención proporciona que la infiltración con la disolución básica se lleva a cabo durante un periodo t de al menos 10 minutos, en particular 50 minutos $\leq t \leq 70$ minutos, en particular $t = 60$ minutos.

Después se proporciona que, después de infiltración con la disolución básica, se seca el blanco.

- 40 Finalmente, el secado del blanco va seguido de sinterización completa o sinterización final o, si es apropiado, sobresinterización. En este caso, la sinterización debería llevarse a cabo a una temperatura que fuera del 5% al 15% mayor que la temperatura a la que el blanco se sinteriza final o completamente para el mismo intervalo de tiempo que la sinterización completa o final.

El óxido de metal, en particular dióxido de circonio, se forma después por secado y sinterización, es decir, por la segunda etapa de tratamiento térmico.

- 45 Incluso si se usa preferiblemente un material que pueda verterse, como se menciona, el dióxido de circonio, que está dopado en una cantidad para estabilizar una fase cristalina deseada, entonces la invención también se caracteriza por que se usa al menos un polvo de óxido de metal del grupo que comprende Al_2O_3 , TiO_2 , CeO_2 , MgO , Y_2O_3 y cristal mixto de dióxido de circonio $Zr_{1-x}Me_xO_2(\frac{4x}{2})_x$ en el material que puede verterse, en donde Me es un metal que está presente en forma de óxido como catión divalente, trivalente o tetravalente ($n = 2, 3, 4$ y $0 \leq x \leq 1$) y estabiliza la fase tetragonal y/o cúbica del dióxido de circonio.
- 50

En particular, se proporciona que el material a granel usado es uno que contiene al menos un polvo que contiene el óxido de metal y al menos un aglutinante orgánico, preferiblemente de al menos una de las clases: alcoholes polivinílicos (PVA), ácidos poliacrílicos (PAA), celulosas, polietilenglicoles y/o termoplásticos.

Un aglutinante con un porcentaje en el intervalo del 0,1% al 45%, en volumen, preferiblemente en el intervalo del 0,1% al 5%, en volumen, debería usarse de ese modo.

Como fluido de infiltración, en particular, se usa un sol o precursor que contiene agua desionizada y un oxocloruro del circonio, por ejemplo, $ZrOCl_2$, circonatos polihalogenados o cloruro de circonio básico.

- 5 Además, se obtienen resultados particularmente buenos si el fluido usado como fluido de infiltración tiene a la temperatura del procedimiento una viscosidad dinámica η de $3,5 \text{ mPa}\cdot\text{s} \leq \eta \leq 4,0 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, en particular $\eta = 3,9 \text{ mPa}\cdot\text{s} \pm 0,1 \text{ mPa}\cdot\text{s}$.

10 Como resultado de estas mediciones, en particular también por la duración de la infiltración y la presión con la que se presiona el fluido de infiltración en el blanco, el blanco permea isotrópicamente por el fluido de infiltración de manera que el óxido metálico, como el óxido de circonio, precipitado en la matriz del blanco esté distribuido de manera uniforme y los poros rodeados por la matriz se rellenen del óxido. Esto da como resultado un aumento de la resistencia comparado con cuerpos moldeados en los que los blancos no se exponen al correspondiente procedimiento de infiltración a vacío.

15 Si, además, se usa un fluido de infiltración, en donde se forma dióxido de circonio sin dopar o con muy poco dopaje, teniendo así una fase cristalina monoclinica a temperatura ambiente, el mayor volumen de los cristales del dióxido de circonio monoclinico embebido da como resultado una acción de presión sobre la matriz que contiene dióxido de circonio tetragonal con el resultado de que se puede lograr más aumento de la resistencia.

20 Mediante la explicación según la invención, se proporciona un cuerpo moldeado que presenta mayor resistencia comparado con la de los que no se someten a infiltración a vacío según la explicación de la invención. Esto es hasta el 58% mayor.

El aumento de resistencia es probablemente debido al sellado de los poros y a la inhomogeneidad (por ejemplo, grietas) en el blanco. Sin embargo, los diferentes volúmenes de las fases cristalinas así como la tensión intrínseca de la estructura también es probable que contribuyan al aumento de la resistencia.

25 La invención se caracteriza, en particular, por un cuerpo moldeado sinterizado, en particular en la forma de una restauración dental, como una construcción de armazón dental, corona, corona parcial, puente, funda, carilla, pilar o perno, en donde el cuerpo comprende primeras partículas de dióxido de circonio (ZrO_2) o que contiene dióxido de circonio, ligado por sinterización, como un óxido metálico y segundas partículas de ZrO_2 o conteniendo ZrO_2 presentes entre las primeras partículas. Es característico del cuerpo moldeado que el cuerpo moldeado consista en una matriz de poro abierto formada por las primeras partículas y de poros de la matriz rellenos por las segundas partículas, teniendo las primeras partículas un componente de fase predominantemente tetragonal y teniendo las segundas partículas una segunda fase cristalina que difiere en parte de la fase tetragonal y que el cuerpo moldeado presenta una resistencia a la flexión $\sigma \geq 1000 \text{ MPa}$.

30

35 El cuerpo moldeado según la invención se caracteriza por una resistencia a la flexión mucho mayor, determinada según DIN ISO 6872, comparado con las de aquellos en los que los poros no están rellenos con un óxido metálico correspondiente a la matriz. El aumento en resistencia es probablemente debido no solo al relleno de los poros sino también al hecho de que el óxido metálico embebido en los poros presenta una forma cristalina que se desvía en términos de volumen de la forma cristalina tetragonal en la matriz y es mayor. Esto es particularmente apreciable si la matriz que consiste en dióxido de circonio, o que contiene dióxido de circonio, tiene un componente de fase tetragonal mayor que el 80%, preferiblemente mayor que el 90%, en particular mayor que el 95%.

40 El dióxido de circonio embebido debería tener un porcentaje de fase monoclinica de al menos el 50%.

Sin embargo, no se aparta de la invención incluso si el dióxido de circonio que se incorpora está asimismo dopado, es decir, presenta una forma cristalina sustancialmente tetragonal; rellenar los poros con el óxido de metal conduce a un aumento en la resistencia.

45 Según la invención, se proporciona un cuerpo moldeado que consiste en un primer óxido de metal, o contiene un primer óxido de metal, que forma una matriz en la que se incorpora un óxido de metal de la misma o diferente composición química, que a su vez tiene una forma cristalina con un volumen que es mayor que el volumen de la forma cristalina del primer óxido de metal formando la matriz o contenido en la matriz.

50 Más detalles, ventajas y rasgos de la invención resultarán no solo a partir de las reivindicaciones, los rasgos que derivan de estas - separadamente y/o junto con estas -, sino también a partir de la siguiente descripción de realizaciones ejemplares preferidas.

Para facilitar los ensayos comparativos, se usaron discos de dióxido de circonio estabilizados tetragonales presinterizados a 900°C , teniendo cada disco un espesor de 2 mm y un diámetro de 24,8 mm.

Cada disco de dióxido de circonio (ZrO_2) comprende en porcentaje en peso:

ES 2 785 642 T3

HfO ₂	<3,0
Al ₂ O ₃	<0,3

Componentes inevitables técnicamente necesarios ≤ 0,2 (como SiO₂, F₂O₃, Na₂O)

Y ₂ O ₃	4,5-7,0
Óxidos que imparten color:	0-1,5

$ZrO_2 = 100 - (Y_2O_3 + Al_2O_3 + HfO_2 + \text{componentes inevitables} + \text{óxidos que imparten color})$

5 Se llevaron a cabo mediciones de la resistencia a la flexión según DIN EN ISO 6872 en estos discos o especímenes como blancos, después de infiltración cuando fue necesario, después de que los especímenes se hubieran sinterizado densa o finamente o sobresinterizado de la siguiente manera.

Algunas de las muestras se sometieron previamente a un procedimiento de infiltración a vacío según la explicación de la invención.

Para este fin se preparó un sol o precursor de 70 gramos de ZrOCl₂·8H₂O por 100 ml de disolución como fluido de infiltración, con agua desionizada usada como disolvente.

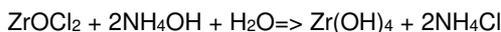
10 Como resultado, se consiguió una viscosidad del fluido de infiltración de 3,89 MPa·s según lo cual se aseguró que el fluido de infiltración penetrara uniformemente en el blanco y se distribuyera de manera isotrópica después de la infiltración con la disolución básica precipitó dióxido de circonio.

15 Se evacuaron después algunos de los blancos porosos presinterizados en un sistema de infiltración a vacío, Cast N'Vac 1000 (Buehler) durante 20 minutos, según lo cual se logró una presión de -0,07 MPa (-0,7 bar) relativa a la presión atmosférica. Después los blancos se mantuvieron en el sol/precursor (fluido de infiltración) al tiempo que se mantenía una presión negativa para llevar a cabo la infiltración. Después de esta inmersión, se mantuvo la presión negativa durante 5 minutos más, con ventilación posterior mediante una válvula de presión. Abriendo la válvula, el fluido en infiltración se presiona en los especímenes porosos. Los especímenes, es decir, los blancos, se mantuvieron después en el fluido de infiltración a presión atmosférica durante 25 minutos (tiempo de infiltración). La infiltración se llevó a cabo a temperatura ambiente. Después de la eliminación del fluido de infiltración, se secaron los blancos en una vitrina térmica a 50°C durante 5 minutos.

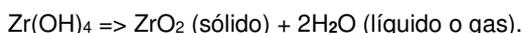
20 Algunas de las muestras secas se pusieron después en una disolución de NH₄OH al 51,5% (agente reaccionante) (corresponde a NH₃ al 25% en 100 g de disolución) y se infiltró a temperatura ambiente durante un periodo de 60 minutos.

25 Los blancos infiltrados se secaron después de nuevo durante 5 minutos a 50°C y finalmente se sinterizaron.

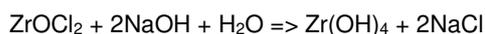
La infiltración con el sol/precursor y la infiltración posterior con la disolución de NH₄OH conduce a los siguientes procedimientos de reacción simplificados (ruta del hidróxido de amonio):



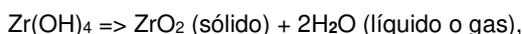
30 El secado y la sinterización posteriores conducen a la formación de dióxido de circonio según la siguiente ecuación de reacción:



35 Alternativamente, algunas muestras, que se infiltraron previamente con el fluido de infiltración como se explicó anteriormente y después se secaron, se infiltraron con una disolución de NaOH al veinte por ciento (agente reaccionante) durante una hora, también a temperatura ambiente. Esto fue seguido por secado y sinterización. Las siguientes reacciones transcurrieron a través de la denominada ruta del hidróxido de sodio (de nuevo simplificada):



y



en donde la reacción última se determina por secado y sinterización.

40 La sinterización, llevada a cabo después de infiltración con la disolución básica (NaOH o NH₄OH) y secado, generalmente referido como sinterización final o sinterización completa, se llevó a cabo según el programa de sinterización estándar para los blancos, que se muestra en la figura 1.

Algunas de las muestras se sobresinterizaron, es decir, a una temperatura de aproximadamente 100°C por encima de

la que especifica el fabricante de los blancos para sinterización final o sinterización completa. La secuencia del procedimiento para la sobresinterización se muestra en la figura 2. Se puede observar que la duración de la sobresinterización a la temperatura máxima corresponde a la de sinterización completa o sinterización final (figura 1).

5 Después se llevaron a cabo ensayos de flexión biaxial tanto para blancos que no fueron sometidos al procedimiento de infiltración a vacío (muestras de referencia) como para blancos infiltrados por la ruta del hidróxido de sodio y la ruta del hidróxido de amonio. Se llevaron a cabo las mediciones según DIN EN ISO 6872 (materiales cerámicos odontológicos). Para la determinación de la resistencia de flexión biaxial, se pusieron las muestras en tres esferas de acero endurecido. Estas se dispusieron en un círculo con un radio de 6 mm (radio de círculo de soporte). Se creó el cuarto punto de contacto mediante una herramienta de fractura de transferencia de fuerza (radio de la marca superior: 10 0,70 mm). Se usó una máquina para ensayos de flexión Z020 y el *software* asociado TestXpert II (Zwick GmbH and Co. KG, Alemania). La fuerza inicial fue 2 N y la velocidad de la fuerza inicial 5 mm/min. La velocidad del ensayo de 1 mm/min corresponde a la determinada en DIN EN ISO 6872.

Los ensayos de flexión biaxial se llevaron a cabo en 30 muestras que se infiltraron por la ruta del hidróxido de amonio y en 30 muestras de referencia, es decir, blancos, que no se infiltraron.

15 El valor de la resistencia de flexión media de las muestras de referencia sinterizadas con el programa de sinterización estándar (fig. 1) fue 736 MPa, con una desviación estándar de 95,9 MPa, un módulo de Weibull de 9,2 y una resistencia de Weibull de 777 MPa. El valor de la resistencia a la flexión media de las muestras de la ruta del hidróxido de amonio fue 1087 MPa, con una desviación estándar de 119,6 MPa, un módulo de Weibull 10,9 y una resistencia de Weibull de 1137 MPa.

20 El ensayo de flexión biaxial de las muestras de referencia sinterizadas con el programa de sinterización «sobresinterización» (fig. 2) proporcionó un valor de resistencia a la flexión media de 878 MPa, una desviación estándar de 95,8 MPa, un módulo de Weibull de 11,1 y una resistencia de Weibull de 918 MPa. La resistencia a la flexión media de las muestras sobresinterizadas de la ruta del hidróxido de amonio fue 1144 MPa, con una desviación estándar de 263,8 MPa, un módulo de Weibull de 4,5 y una resistencia de Weibull de 1258 MPa.

25 Los ensayos de blancos infiltrados por la ruta del hidróxido de sodio proporcionaron valores de la resistencia correspondientes a los de la ruta del hidróxido de amonio.

Una comparación de los valores numéricos muestra que con el programa de sinterización estándar el valor de la resistencia a la flexión media era un 48% mayor que el de las muestras de referencia cuando se seleccionó la ruta del hidróxido de amonio. La resistencia de Weibull aumentó por un 46%.

30 Para producir un cuerpo moldeado, en particular un cuerpo moldeado dental, como una restauración dental, en particular, una construcción de armazón dental, corona, corona parcial, puente, funda, carilla, pilar o perno, el blanco se mecaniza, en principio, antes del procedimiento de sinterización final o sobresinterización, en particular por molienda. En este caso, debe tenerse en cuenta la contracción resultante de la sinterización completa o sinterización final/sobresinterización. Alternativamente, la mecanización también puede llevarse a cabo después del procedimiento 35 de sinterización.

REIVINDICACIONES

1. Un método para la producción de un cuerpo moldeado, que comprende al menos las siguientes etapas del método:
 - a) Producción de un blanco con una porosidad abierta por presión y tratamiento de un material que puede verterse en una primera etapa de tratamiento térmico, dicho material contiene óxido de metal, o consiste en óxido de metal, según lo cual el óxido de metal es dióxido de circonio o al menos un polvo de óxido de metal del grupo que comprende Al_2O_3 , TiO_2 , CeO_2 , MgO , Y_2O_3 y se usa cristal mixto de dióxido de circonio $Zr_{1-x}Me_xO_2(\frac{4n}{2})_x$ en el material que puede verterse, en donde Me es un metal que está presente en forma de óxido como catión bivalente, trivalente o tetravalente ($n = 2, 3, 4$ y $0 \leq x \leq 1$) y estabiliza la fase tetragonal y/o cúbica del dióxido de circonio.
 - b) Infiltración del blanco con un fluido de infiltración, que contiene un precursor del óxido metálico,
 - c) Precipitación del hidróxido del metal del fluido de infiltración por tratamiento del blanco con una disolución básica,
 - d) Formación del óxido metálico del hidróxido por tratamiento del blanco en una segunda etapa de tratamiento térmico en donde
 - e) El blanco se trata antes o después de la segunda etapa de tratamiento térmico para conseguir una forma que corresponda al cuerpo moldeado.
2. El método según la reivindicación 1, caracterizado por que la segunda etapa de tratamiento térmico se lleva a cabo por sinterización del blanco.
3. El método según la reivindicación 1 o 2, caracterizado por que el material que puede verterse usado en el óxido metálico que es el blanco a temperatura ambiente presenta una primera fase cristalina estabilizada de al menos el 50%, preferiblemente al menos el 90% y en particular al menos el 95%.
4. El método según al menos una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el fluido de infiltración es de manera que el óxido de metal formado a partir del hidróxido presenta una segunda fase cristalina que difiere de la primera fase cristalina estabilizada, en particular los cristales de la segunda fase cristalina presentan un volumen mayor que los cristales de la primera fase cristalina.
5. El método según al menos una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que se usa un dióxido de circonio estabilizado tetragonal como el óxido de metal del blanco.
6. El método según al menos una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el material que puede verterse es uno que contiene al menos un polvo que contiene el óxido de metal así como al menos un aglutinante orgánico, preferiblemente de al menos una de las clases: alcoholes polivinílicos (PVA), ácidos poliacrílicos (PAA), celulosas, polietilenglicoles y/o termoplásticos.
7. El método según la reivindicación 6, caracterizado por que se usa un aglutinante con un porcentaje en el intervalo del 0,1% en volumen al 45% en volumen y preferiblemente en el intervalo del 0,1% en volumen al 5% en volumen.
8. El método según al menos una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el material que puede verterse usado es uno que contiene dióxido de circonio, o consiste en dióxido de circonio, dopado con óxido de itrio (Y_2O_3), óxido de calcio (CaO), óxido de magnesio (MgO) y/u óxido de cerio (CeO_2), en

particular con óxido de itrio y a temperatura ambiente se estabiliza el dióxido de circonio en la forma cristalina cúbica y/o tetragonal, en particular la forma cristalina tetragonal.

9. El método según al menos una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que

5 el fluido de infiltración es uno en el que el óxido de metal formado a partir del hidróxido después de la etapa d) del método es dióxido de circonio monoclinico, o contiene dióxido de circonio monoclinico, y/o

se usa un sol/precursor como el fluido de infiltración y contienen agua desionizada y un oxiclورو de circonio, por ejemplo, $ZrOCl_2$, circonatos polihalogenados o cloruro de circonio básico y/o el fluido de infiltración usado para infiltración presenta una viscosidad dinámica η de $3,5 \text{ mPa}\cdot\text{s} \leq \eta \leq 4,0 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, en particular $\eta = 3,9 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ y/o el blanco se sumerge en el fluido de infiltración durante un periodo de tiempo t , donde $t > 10$ minutos, en particular $10 \text{ minutos} \leq t \leq 20$ minutos, preferiblemente $t \geq 25$ minutos, en particular $25 \text{ minutos} \leq t \leq 50$ minutos.

10

10. El método según al menos una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que

el fluido de infiltración penetra de manera isotrópica en el blanco.

15 11. El método según al menos una de las reivindicaciones anteriores,

caracterizado por que

para los fines de infiltración el blanco se dispone en una atmósfera de presión negativa, después se sumerge en el medio de infiltración a presión negativa y posteriormente se expone a presión atmosférica.

12. El método según al menos una de las reivindicaciones anteriores,

20 caracterizado por que

después de la infiltración el blanco se seca con el fluido de infiltración.

13. El método según al menos una de las reivindicaciones anteriores,

caracterizado por que

25 después de secar el blanco se lleva cabo infiltración del blanco con una disolución básica, preferiblemente con un pH > 8 , en particular con una disolución de NH_4OH , en particular con una disolución de NH_4OH del 45% al 55%, en particular con una disolución de NH_4OH al 51,5%, que corresponde a NH_3 al 25% en 100 g de disolución, o una disolución de $NaOH$, preferiblemente una disolución de $NaOH$ del 15% al 25%, en particular una disolución de $NaOH$ al 20%, preferiblemente la infiltración con la disolución básica se lleva a cabo a temperatura ambiente, es particularmente preferido que la infiltración con la disolución básica se lleve a cabo durante un periodo de tiempo t donde $t \geq 10$ minutos, preferiblemente $50 \text{ minutos} \leq t \leq 70 \text{ minutos}$, en particular $t = 60$ minutos.

30

14. El método según al menos una de las reivindicaciones anteriores,

caracterizado por que

después de la infiltración con la disolución básica se seca el blanco.

15. El método según al menos una de las reivindicaciones anteriores,

35 caracterizado por que

después de secar el blanco el blanco se sinteriza completamente o se sobresinteriza, en donde se lleva a cabo sobresinterización a una temperatura que está en el intervalo del 5% al 15% mayor que la temperatura a la que el blanco se sinteriza completamente.

40 16. Un cuerpo moldeado sinterizado, preparado según una de las reivindicaciones anteriores, en particular en la forma de una restauración dental, como una construcción de armazón dental, corona, corona parcial, puente, funda, carilla, pilar, perno, en donde el cuerpo comprende primeras partículas de dióxido de circonio (ZrO_2) o contiene dióxido de circonio, ligado por sinterización, como un óxido de metal y segundas partículas de ZrO_2 o que contienen ZrO_2 presentes entre las primeras partículas, que tienen una composición química como el óxido de metal o una composición que difiere de ahí,

45 caracterizado por que

el cuerpo moldeado consiste en una matriz de poro abierto formada por las primeras partículas y de los poros de la matriz rellenos por las segundas partículas, teniendo las primeras partículas un componente de fase tetragonal de al menos el 50% y teniendo las segundas partículas una segunda fase cristalina de un volumen mayor que difiere en parte de la fase tetragonal y al menos parcialmente de una forma cristalina monoclinica y que el cuerpo moldeado tiene una resistencia a la flexión $\sigma \geq 1000$ MPa.

5

17. Un uso del método según al menos una de las reivindicaciones 1 a 15, para la producción de una restauración dental.

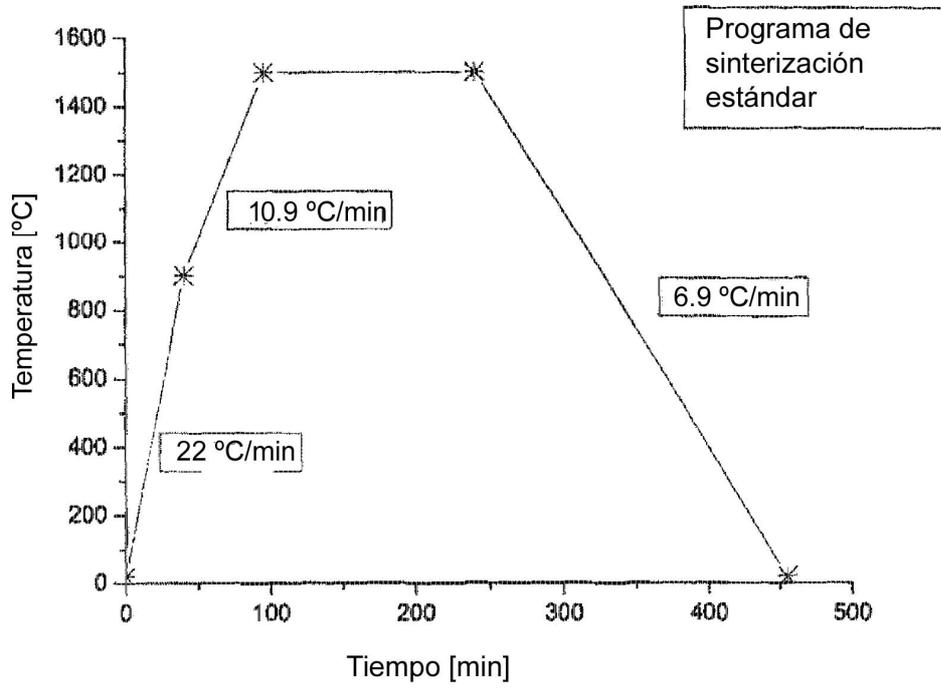


Fig.1

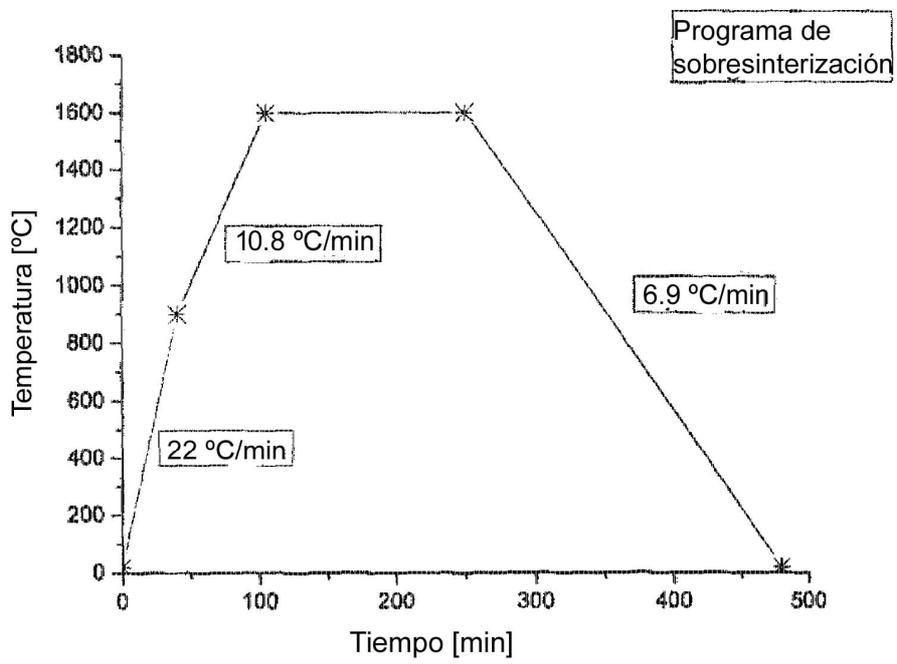


Fig.2