

Evaluación del daño por contacto en porcelana feldespática sobre circona dental

TESIS DOCTORAL

Memoria presentada por

Astrid Oasis Rueda Arango

para optar al grado de

Doctora en Ciencia de los Materiales e Ingeniería metalúrgica
por la Universidad Politécnica de Cataluña

Dirigida por:

Dr. Emilio Jiménez Piqué



Universitat Politècnica de Catalunya

Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica

2013

Esta tesis doctoral se ha realizado en el Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria metal·lúrgica (CMEM) de la Universitat Politècnica de Catalunya (UPC), en el marco de los proyectos MAT2008-03398 y MAT2011-23913 del Ministerio de Ciencia e Innovación de España.

A mis padres, *Ramón y Carmen*

A mis *hermanos y sobrinos*

A *Dani...*

Agradecimientos

En primer lugar, deseo agradecer a mi tutor Emilio Jiménez Piqué por su dedicación y orientación, y ante todo por compartirme sus conocimientos a lo largo de esta etapa académica. Gracias.

Al profesor Marc Anglada por hacerme participe de su grupo, CIEFMA y por sus valiosos aportes a éste trabajo.

A Juan José Pavón, la primera persona en aportar su granito de arena para que este sueño se hiciera realidad.

A la subvención recibida a través del proyecto MAT2008-03398 del Ministerio de Ciencia e Innovación de España y a la Generalitat de Catalunya por financiar mis estudios al otorgarme la beca FI-AGAUR (2009SGR01285).

A los estudiantes de final de carrera por sus importantes contribuciones a mi trabajo: Elise Nanini-Maury (2010), Antoni Cruz Alcoverro (2010), Sébastien Son (2011) y Jérémy Chavat (2012).

A todas las personas que de una u otra manera me apoyaron una vez puse los pies en estas tierras lejanas a mi gente, especialmente a mi compañero Alejandro Muñoz, la primera persona en acogerme y brindarme toda su ayuda tanto académica como personal. A mis compañeros y amigos doctorandos que con sus variadas nacionalidades me permitieron conocer un poco acerca de las costumbres menos imaginables para mí, enriqueciendo mi pequeño mundo cultural.

A aquellas personas que sin ningún interés personal siempre estuvieron dispuestas a mejorarme el día a día brindándote toda su ayuda y colaboración posible, como Fernando, Olga, Kim, Ángeles, Esther e Isaac.

A mi familia colombiana que desde la distancia me ha acompañado y dado fuerzas para alcanzar este anhelado momento, a pesar de los irrepetibles momentos de alegrías y tristezas que no hemos podido compartir a lo largo de estos años. A mis padres Ramón y Carmen, mis más grandes orgullos. Mi Yeisy, que se hizo grande sin mi compañía.

A mi familia Catalana que me acogió y me brindo el calor de hogar que todo extranjero desearía tener.

A mis amigos colombianos que siempre han estado presentes sin importar los kilómetros que nos separan, especialmente Catalina y Jazmín.

A los amigos que he conocido durante este tiempo y que me han demostrado con sus actos, su más sincero aprecio. Segura estoy que nuestra amistad cruzará las fronteras.

A Dani, el meu incondicional company de viatge, testimoni de les meves angoixes i fomentador potencial de les meves alegries, el regal més preuat que m'ha donat aquest paísla seva companyia.

Gracias, moltes gràcies.

Tabla de contenidos

Lista de figuras -----	15
Lista de tablas -----	21
Lista de acrónimos y símbolos -----	23
Resumen -----	27
Capítulo 1. Introducción -----	31
1.1. Materiales Dentales -----	33
1.1.1. Cerámicos compuestos: cerámica/polímero-----	35
1.1.2. Vitrocerámicas -----	35
1.1.3. Cerámicos aluminosos-----	36
1.2. Porcelanas dentales -----	37
1.2.1. Porcelanas opalescentes-----	43
1.2.2. Porcelana reforzada con alúmina -----	43
1.2.3. Porcelana sobre metal-----	44
1.2.4. Porcelanas sobre cerámica-----	45
1.2.5. Adición de segundas fases-----	48
1.3. Circona Dental -----	49

1.3.1. Degradación hidrotérmica-----	52
1.4. Biomecánica de masticación-----	53
1.5. Fallos observados en la porcelana dental-----	56
1.6. Contacto Hertziano-----	59
1.6.1. Teoría de Hertz sobre el contacto elástico-----	61
1.6.2. Campo de tensiones Hertzianas-----	64
1.6.3. Tensión – Deformación por contacto-----	66
1.6.4. Daños por contacto Hertziano en materiales monolíticos-----	67
1.6.5. Fisura anillo y cónica-----	68
1.6.6. Fisura dúctil y cuasi-dúctil-----	72
1.7. Daños por contacto Hertziano en recubrimientos-----	73
1.7.1. Modos Frágiles-----	75
1.7.2. Modos dúctiles-----	77
1.8. Fatiga por contacto-----	77
1.9. Diferencia elástica entre el material y el indentador-----	79
1.10. Referencias-----	81
Capítulo 2. Objetivos y estructura de la tesis-----	93
Capítulo 3. Técnicas experimentales-----	97
3.1. Preparación y caracterización de los materiales-----	99
3.1.1. Sustrato-----	99

3.1.2. Recubrimiento-----	101
3.1.3. Segundas fases-----	103
3.2. Técnicas experimentales-----	105
3.2.1. Técnicas de microscopia-----	105
3.2.2 Reconstrucción en 3D: Tomografía-----	106
3.2.3. Técnicas espectrométricas-----	107
3.2.4. Medición de propiedades mecánicas-----	110
3.2.5. Otras técnicas experimentales-----	114
3.3. Referencias-----	118
Capítulo 4. Materiales obtenidos-----	121
4.1. Caracterización microestructural y mecánica de la circonita ---	123
4.2. Degradación hidrotérmica-----	125
4.2.1. Influencia del proceso de elaboración-----	126
4.2.2. Influencia de la coloración-----	127
4.2.3. Influencia del recubrimiento porcelánico-----	127
4.3. Caracterización microestructural y mecánica de la porcelana feldespática-----	130
4.4. Discusión -----	132
4.5. Referencias-----	135

Capítulo 5. Contacto monotónico sobre porcelana dental feldespática-----	137
5.1. Observación visual-----	139
5.2. Reconstrucción tomográfica -----	141
5.3. Discusión-----	148
5.4. Conclusiones-----	153
5.5. Referencias-----	154
Capítulo 6. Comportamiento de la porcelana dental feldespática frente al contacto estático y cíclico en aire y saliva-----	157
6.1. Corrosión bajo tensión en condiciones de contacto estático en aire-----	159
6.2. Contacto Hertziano cíclico en aire y saliva artificial-----	161
6.3. Discusión-----	163
6.4. Conclusiones-----	171
6.5. Referencias-----	172
Capítulo 7. Efecto de la adición de segundas fases sobre las propiedades mecánicas de la porcelana feldespática VITA- VM9-----	175
7.1. Observación visual-----	177
7.2. Observación microestructural-----	179

7.3. Contacto Hertziano en aire sobre las porcelanas con adición de circonas	182
7.4. Contacto Hertziano en aire sobre las porcelanas con adición de circonas	183
7.4.1. Contacto Hertziano monotónico	183
7.4.2. Contacto Hertziano cíclico	185
7.4.3. Coloración	187
7.5. Discusión	188
7.5.1. Comportamiento mecánico	189
7.5.2. El color como requisito estético	189
7.5.3. Efecto de las tensiones residuales	190
7.6. Conclusiones	192
7.7. Referencias	193
Capítulo 8. Conclusiones generales	195
8.1. Preparación y caracterización del material	197
8.2. Propiedades mecánicas	199
Capítulo 9. Trabajo futuro	203
Currículum	207

Lista de figuras

Capítulo 1. Introducción

- Figura 1.** Partes de una restauración dental. El implante, el núcleo y la funda pueden ser fabricados de metal o cerámica, en cualquier caso es recubierto con una porcelana dental. En los lados de la imagen se observan dos dientes naturales. -----41
- Figura 2.** Retención de la fase tetragonal de la circonita, respecto al tamaño crítico de grano y el contenido de itria. Imagen reproducida con permiso de [56] Elsevier Ltd.--51
- Figura 3.** Zona de contacto oclusal. Imagen reproducida con permiso de [3] IOP Publishing ltd.----- 56
- Figura 4.** Ejemplos de daños en la porcelana dental. a) Fractura oclusal en una corona InCeram (porcelana/alúmina). b) Fractura catastrófica de la circonita y el recubrimiento debido a la propagación de las grietas radiales. c) Desconche de la porcelana fundida sobre un pilar de circonita. d) Desconche típico en un material restaurado. Imágenes reproducidas con permiso de [1,2,25,32,45,73] Elsevier Ltd. y John Wiley and Sons.- 59
- Figura 5.** Contacto Hertziano de una esfera sobre un cuerpo plano.----- 62
- Figura 6.** Componentes del tensor de tensiones en coordenadas cilíndricas.----- 65
- Figura 7.** Tensiones del campo Hertziano en unidades de P_0 para $\nu=0,22$. Las curvas punteadas en (a) corresponden a las trayectorias de la tensión σ_3 . AA es la notación para el diámetro de contacto $2a$. Imágenes reproducidas con permiso de [66] John Wiley and Sons. ----- 66
- Figura 8.** Curva tensión-deformación de un vitrocerámico en su forma amorfa y cristalina. Imágenes reproducidas con permiso de [66] John Wiley and Sons. ----- 67
- Figura 9.** Daños posibles durante el contacto monotónico en un sólido monolítico. A, grieta anillo. C, grieta cono. Y, deformación plástica o cuasi-plástica.-----68
- Figura 10.** Curva P_c/R_e vs R_e para un vidrio sódico-cálcico indentado con esferas de acero. La línea discontinua hace referencia a la predicción para un defecto bajo una

tensión uniforme, σ_m . Imágenes reproducidas con permiso de [66] John Wiley and Sons. ----- 70

Figura 11. Curvas del factor de intensidad de tensiones para la fractura cónica normalizado ($\beta=1$ y $\nu=0.3$). Las flechas indican la evolución para la formación de la fisura cono. Imágenes reproducidas con permiso de [66] John Wiley and Sons. ----- 72

Figura 12. Posibles daños durante el contacto monotónico en un recubrimiento monocapa: fisuras anillo (A), cónicas (C), radiales (R) y cónicas remotas (Ci) y regiones de deformación plástica (Y).----- 75

Capítulo 3. Técnicas experimentales

Figura 1. Curva de presinterización de la circona. -----100

Figura 2. Curva de cocción de limpieza de la circona. En esta curva no se realiza vacío. -----100

Figura 3. Curva de sinterización de la circona. -----101

Figura 4. Primera cocción para la aplicación de la capa fina del recubrimiento feldespático. Cocción Wash. -----102

Figura 5. Segunda cocción para la aplicación de la capa gruesa del recubrimiento feldespático. Cocción de dentina. -----102

Figura 6. Esquema general del procedimiento para la obtención de las porcelanas con nuevas formulaciones. -----104

Figura 7. Pasos para la reconstrucción tomográfica en el software Avizo ® Fire. ---108

Figura 8. Puesta a punto del ensayo en saliva artificial. -----113

Figura 9. Tratamiento térmico para revelado de los granos de circona. ----- 114

Figura 10. Sistema de clasificación VITA Classical 1-D4 para comparar los colores de las prótesis respecto a los dientes reales. -----117

Capítulo 4. Materiales obtenidos

Figura 1. <i>Microestructura de las circonas AS y VITA donde se puede observar la distribución y el tamaño de los granos.</i> -----	123
Figura 2. <i>Espectro XRD de la circona AS. El recuadro resalta la zona donde se encuentran los picos más intensos de las fases tetragonal y monoclinica. t, fase tetragonal.</i> -----	124
Figura 3. <i>Curvas de degradación de las circonas AS y VITA para un período de tiempo comprendido entre 5 y 95h</i> -----	126
Figura 4. <i>Evaluación del efecto del colorante sobre la degradación de la circona.</i> --	127
Figura 5. <i>Evaluación del efecto del esmalte y el desbaste dental sobre la degradación de la circona VITA.</i> -----	128
Figura 6. <i>Espectro Raman de la circona VITA con esmalte, expuesta a tratamiento hidrotérmico durante 30h.</i> -----	129
Figura 7. <i>Espectros Raman de la circona AS_{dental} con esmalte, expuesta a tratamiento hidrotérmico durante 30h.</i> -----	130
Figura 8. <i>Muestra de circona con porcelana en verde. a) Circona coloreada. b) Esmalte en verde.</i> -----	131
Figura 9. <i>Muestra terminada de circona con porcelana. a) Medidas finales. b) Acabado espejo. c) Prótesis dental: corona.</i> -----	131
Figura 10. <i>Imagen confocal de la porcelana con identificación de la fase cristalina presente. a) Muestra con el diluyente base y agua destilada. b) Muestra con el diluyente base.</i> -----	132

Capítulo 5. Contacto monotónico sobre porcelana dental feldespática

Figura 1. <i>Secuencia del daño por contacto Hertziano monotónico en el recubrimiento feldespático con espesor de capa de 500µm y esferas de WC-Co y R: 0.5, 1.25, 2.5 y 5 mm. La carga aplicada para cada radio de indentador se observa a la izquierda de cada imagen.</i> -----	140
Figura 2. <i>Curva P_c/R_e vs R_e de la porcelana feldespática VM9 indentada con esferas de WC-Co.</i> -----	141

Figura 3. *Secuencia de las secciones transversales obtenidas por pulido manual de la grieta producida por contacto monotónico con esfera de radio R de 1,25 mm a una carga de 750N. El espesor eliminado se indica a la izquierda de cada imagen. Se observa la existencia de la grieta cono, así como la ausencia de daño significativo en el sustrato (última imagen).* ----- 142

Figura 4. *Secuencia de las secciones transversales obtenidas por FIB de las grietas producidas por la nanoindentación con punta cúbica a una carga de 100mN.* ----- 143

Figura 5. *Pasos de la reconstrucción de las muestras bajo ensayos de contacto esférico y nanoindentación. Software Avizo.* ----- 145

Figura 6. a) *Sección transversal de las grietas cono de la muestra indentada con esferas de radio R_e , 1.25 mm a una carga de 750N, obtenida bajo reconstrucción tomográfica y esquema de los parámetros geométricos críticos. α es el ángulo de la base del cono, c_{eff} es la longitud efectiva de la grieta cono y a es el radio de la grieta anillo superficial [2]. b). *Sección transversal de la huella residual de una carga de 750N con esferas de WC-Co y R_e , 1.25 mm.* ----- 146*

Figura 7. *Reconstrucción tomográfica de las grietas producidas por nanoindentación con punta cúbica. En las imágenes superiores (a1-a2) se observa como la grieta deflecha al acercarse a una colonia de partículas de leucita, probablemente debido a las tensiones residuales. En las imágenes inferiores (b1-b2) la grieta atraviesa la colonia de leucita ya que hay menos densidad de partículas.* ----- 148

Figura 8. *Secuencia de daño del recubrimiento feldespático durante el pulido secuencial de la muestra indentada con radio de esfera R_e 1.25mm a una carga de 1500N. El espesor eliminado se reporta a la izquierda de cada imagen.* ----- 149

Capítulo 6. Comportamiento de la porcelana dental feldespática frente al contacto estático y cíclico en aire y saliva

Figura 1. *Tiempo de formación de la grieta anillo bajo cargas estáticas en aire. Los círculos llenos indican la formación del anillo completo y los círculos abiertos indican la formación del anillo incompleto. Las barras de error t_{rc} :~5%, son similares al tamaño de los símbolos de los datos.* ----- 159

Figura 2. <i>Imágenes de la grieta anillo obtenidas bajo contacto estático en aire. a) Anillo incompleto respecto a la carga indicada en cada imagen y b) Anillo completo respecto a la carga indicada en cada imagen.</i> -----	161
Figura 3. <i>Ciclos de formación de la grieta anillo bajo ambientes de aire y saliva artificial. Las barras de error t_{rc}:~5%, son similares al tamaño de los símbolos de los datos.</i> -----	162
Figura 4. <i>Secuencia de daño de la porcelana feldespática a una carga cíclica constante de 50N en aire y en saliva artificial. a) Grieta anillo, b) Grietas anillo concéntricas secundarias y c) multi-anillos, incluyendo grietas interiores debidas a bombeo hidráulico.</i> -----	163
Figura 5. <i>Comparación del tiempo para la grieta anillo en aire bajo cargas estáticas y cíclicas, incluyendo la predicción del tiempo para la falla bajo cargas cíclicas. Las barras de error de t_{rc}:~5%, son de tamaño similar a los símbolos de los datos.</i> -----	166
Figura 6. <i>Imágenes confocal y MEB mostrando los detalles de una grieta anillo en el recubrimiento: (a) carga estática en aire y (b) carga cíclica en saliva artificial.</i> ----	167
Figura 7. <i>Tiempo de vida de una prótesis bajo contacto diente/diente. El área sombreada muestra el rango superior de presiones a las cuales puede fallar una prótesis, resaltando un período de vida de 1 a 4 años que ha sido confirmado por las referencias bibliográficas señaladas en la misma gráfica.</i> -----	170

Capítulo 7. Efecto de la adición de segundas fases sobre las propiedades mecánicas de la porcelana feldespática VITA-VM9

Figura 1. <i>Imagen de las porcelanas obtenidas con la adición de 0.1, 1, 4 y 8% de 3Y-TZP y SiO₂ respectivamente. Con la adición de SiO₂ no se observa cambios significativos de color, mientras que con la adición de 3Y-TZP se pierde translucidez con el aumento del porcentaje añadido.</i> -----	178
Figura 2. <i>Imagen SEM de los polvos con 1% de segunda fase de 3Y-TZP y de SiO₂. Los granos de la segunda fase están indicados con flechas.</i> -----	179
Figura 3. <i>Micrografía del corte transversal de los esmaltes con circona como segunda fase.</i> -----	180

Figura 4. <i>Micrografía del corte transversal de los esmaltes con sílice como segunda fase.</i> -----	180
Figura 5. <i>XRD de la porcelana con 1% de circonita añadida donde se observa que la circonita mantiene la fase tetragonal. El aumento de intensidad para pocos grados es debido a la fase vítrea.</i> -----	181
Figura 6. <i>Tenacidad de fractura de las porcelanas obtenidas.</i> -----	183
Figura 7. <i>Fisura anillo en porcelanas con 3Y-TZP como segunda fase. Contacto monotónico con esfera de WC-Co y radio R_e 1.25 mm.</i> -----	184
Figura 8. <i>Fisura anillo en porcelanas con SiO_2 como segunda fase. Contacto monotónico con esfera de WC-Co y radio R_e 1.25 mm.</i> -----	184
Figura 9. <i>Carga crítica a la cual se obtuvo la fisura anillo en porcelanas con SiO_2 y 3Y-TZP como segunda fase. Contacto monotónico con esfera de WC-Co y radio R_e 1.25 mm. VM9 es la referencia.</i> -----	185
Figura 10. <i>Ciclos para la formación de la fisura anillo en porcelanas con 1% de 3Y-TZP adicionada.</i> -----	186
Figura 11. <i>Corte FIB de la huella residual obtenida bajo contacto cíclico de la porcelana con 1% de 3Y-TZP adicionada.</i> -----	187
Figura 12. <i>Comparación del color entre referencias de VITA y las nuevas porcelanas.</i> -----	188
Figura 13. <i>Propiedades estéticas frente a las propiedades mecánicas.</i> -----	191

Lista de tablas

Capítulo 1. Introducción

Tabla 1. <i>Algunas cerámicas y porcelanas dentales comerciales.</i> -----	40
Tabla 2. <i>Propiedades de los materiales cerámicos.</i> -----	42
Tabla 3. <i>Algunas porcelanas dentales y su composición.</i> -----	47
Tabla 4. <i>Composición de la porcelana feldespática, VITA-VM9.</i> -----	48
Tabla 5. <i>Propiedades de la circona.</i> -----	52
Tabla 6. <i>Parámetros intraorales.</i> -----	57

Capítulo 3. Técnicas experimentales

Tabla 1. <i>Composición de la saliva artificial.</i> -----	112
---	-----

Capítulo 4. Materiales obtenidos

Tabla 1. <i>Propiedades mecánicas de la circona comercial AS y VITA, evaluadas por nanoindentación, con excepción de la tenacidad de fractura que fue medida con indentación Vickers.</i> -----	125
Tabla 2. <i>Propiedades mecánicas del recubrimiento porcelánico evaluadas por nanoindentación.</i> -----	132

Capítulo 5. Contacto monotónico sobre porcelana dental feldespática

Tabla 1. *Parámetros geométricos de las grietas como medidas en las secciones transversales obtenidas por tomografía y pulido transversal. α es el ángulo de la base del cono, c_{eff} es la longitud efectiva de la grieta cono y a es el radio de la grieta anillo superficial.* -----147

Capítulo 7. Efecto de la adición de segundas fases sobre las propiedades mecánicas de la porcelana feldespática VITA-VM9

Tabla 1. *Propiedades mecánicas de los esmaltes obtenidos.* -----182

Tabla 2. *Esfuerzos residuales teóricos resultantes bajo la adición de segundas fases.* ---
-----192

Lista de acrónimos y símbolos

a	Radio de contacto
A^*	Constante adimensional
AS	(AS-Sintered), material elaborado directamente en el laboratorio
AS_{cerámica}	Circona AS (as sintered), sinterizada, cortada y desbastada
AS_{dental}	Circona AS, presinterizada, cortada, desbastada y sinterizada
VITA	Circona comercial, marca VITA
α	Ángulo de la base del cono (Cap 5)
a	Radio de la grieta anillo superficial (Cap 5)
α_L	Coefficiente de expansión térmica de la leucita
α_G	Coefficiente de expansión térmica de la matriz vítrea
α_p	Coefficiente de expansión térmica de la partícula reforzante
α_m	Coefficiente de expansión térmica de la matriz
β	Constante geométrica (Ecuación 3-Cap.3)
C_w	Constante adimensional dependiente de la relación de Poisson
c	Longitud de las grietas
CAD-CAM	Diseño dirigido por ordenador/ fabricación dirigida por ordenador
C_{eff}	Longitud efectiva de la grieta cono (Cap 5)
δ	Desplazamiento del centro de la esfera en un contacto Hertziano
d	Espesor del recubrimiento
E	Módulo de Young
E_i	Módulo de Young del indentador esférico
E_{eff}	Módulo efectivo
E_m	Módulo elástico de la matriz
E_p	Módulo elástico de la partícula reforzante
E_L	Módulo de Young de las partículas de leucita
E_G	Módulo de Young del recubrimiento vítreo

f	Frecuencia
FIB	Microscopio de haz de iones focalizados
H	Dureza
h	Distancia entre las superficies sin deformar en un contacto Hertziano
K	Temperatura en grados Kelvin
k	Constante adimensional
K_I	Factor de intensidad de tensiones
K_{IC}	Tenacidad de fractura
K^A_{IC}	Tenacidad de fractura aparente (Cap 1)
K^I_{IC}	Tenacidad de fractura intrínseca (Cap 1)
SCG	Crecimiento subcrítico de grieta
LTD	Degradación a baja temperatura
m	Fase monoclinica
N	Número de ciclos
N_{rc}	Número de ciclos para la formación de la grieta anillo
n	Exponente de velocidad de la grieta para carga estática
P	Carga aplicada
P_0	Presión media
P_{max}	Carga máxima
P_y	Presión media crítica
P_{rc}	Carga critica para el inicio de la grieta anillo
P_c	Carga critica para el inicio de la grieta cono
ρ	Densidad
$p+q=m$	Exponente de velocidad de la grieta para carga cíclica
R	Relación de carga
R_e	Radio de la esfera
R_o	Radio de la grieta anillo superficial
r	Distancia al eje de carga
SEM	Microscopio electrónico de barrido
SCC	Corrosión bajo tensión
$\sigma_{m\acute{a}x}$	Tensión radial máxima
$\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$	Tensiones normales principales

σ_o	Resistencia mecánica
σ_y	Límite elástico
σ_{res}	Tensión residual
σ_{tm}	Tensión crítica
SiO₂	Sílice
T	Temperatura
τ	Tensión de cizalla
t_f	Tiempo crítico de daño bajo ensayos de contacto
t	Fase tetragonal
τ_{13}	Tensión máxima tangencial o de cizalladura
t_{rc}	Tiempo para la formación de la grieta anillo bajo cargas estática
t_c	Tiempo para la formación de la grieta anillo bajo carga cíclica (Cap 6)
t_s	Tiempo para la formación de la grieta anillo bajo carga estática (Cap 6)
t_{fcic}	Tiempo para la formación de la grieta anillo bajo cargas cíclicas
u_{z1} y u_{z2}	Desplazamientos de las superficies en un contacto Hertziano
ν_o	Constante dependiente del material (Ecuación 1- Cap 6)
VM9	Porcelana feldespática de la marca VITA para recubrir circona
ν	Coefficiente de Poisson
ν_i	Coefficiente de Poisson del indentador esférico
ν_L	Coefficiente de Poisson de la leucita
ν_G	Coefficiente de Poisson de la fase vítrea
ν_p	Coefficiente de Poisson de la partícula reforzante
ν_m	Coefficiente de Poisson de la matriz
WC-Co	Esferas de cobalto - carburo de wolframio
XRD	Difracción de rayos X
X_m	Ecuación para cuantificar el contenido de fase monoclinica
χ	Constante geométrica (ecuación 2-Cap.3)
3Y-TZP	Circona tetragonal policristalina estabilizada con 3% molar de itria

Resumen

Los materiales cerámicos son ampliamente utilizados en las restauraciones dentales tanto en implantes como en prótesis debido a sus excelentes propiedades mecánicas y estéticas y a su buena interacción con el ambiente fisiológico en que actúan.

La circona recubierta con porcelana dental feldespática está siendo cada vez más utilizada como prótesis dentales debido a sus excelentes propiedades mecánicas y estéticas. La circona tiene el potencial de resistir los altos esfuerzos funcionales impuestos en la cavidad oral debido a la transformación martensítica de fase tetragonal a monoclinica que aumenta significativamente la tenacidad de fractura. Esta transformación se consigue al estabilizar la fase tetragonal adicionado diferentes dopantes. Entre los diferentes dopantes, la circona dopada con 3% de itria es la más utilizada para realizar restauraciones como coronas y puentes debido a su alta resistencia mecánica, tenacidad de fractura y fácil mecanizado en estado presinterizado.

La porcelana dental feldespática se usa como recubrimiento debido a su apariencia en color y translucidez que, en combinación con la circona, permiten obtener piezas dentales muy similares al diente natural.

Sin embargo, por la fragilidad de estas porcelanas, las fallas prematuras son relativamente frecuentes, especialmente cuando se exponen a ambientes húmedos bajo cargas de contacto continuas, como se observa en las funciones orales. Por tanto, el objetivo principal de esta tesis ha sido evaluar el comportamiento mecánico de la porcelana feldespática sobre circona dental (3Y-TZP) bajo sollicitaciones de contacto, con el fin de entender los fallos producidos en servicio para la posterior modificación de la microestructura del recubrimiento mediante la adición de segundas fases para mejorar la resistencia al contacto.

En primer lugar se realizaron ensayos de contacto monotónico de los cuales fue posible observar los daños producidos, su orden de aparición y las cargas críticas en las cuales se produjeron. El primer daño en formarse fue la grieta anillo y a medida que se aumentaron las cargas de contacto se generaron grietas multianillo en la superficie.

La caracterización mediante reconstrucción tomográfica de las grietas multianillo permitió observar su forma cónica por debajo de su huella residual, así como sus parámetros geométricos. Estas grietas bajo cargas altas de contacto fueron difíciles de reconstruir ya que estaban contenidas al interior del recubrimiento, sin embargo no alcanzaron la interfase con el sustrato de circonita. De la reconstrucción tomográfica asistida por FIB de la huella de nanoindentación con punta cubo, se observó que la trayectoria de la grieta se vio alterada en la vecindad de las partículas de leucita debido a los esfuerzos residuales de compresión, generando una deflexión de la misma con una morfología compleja.

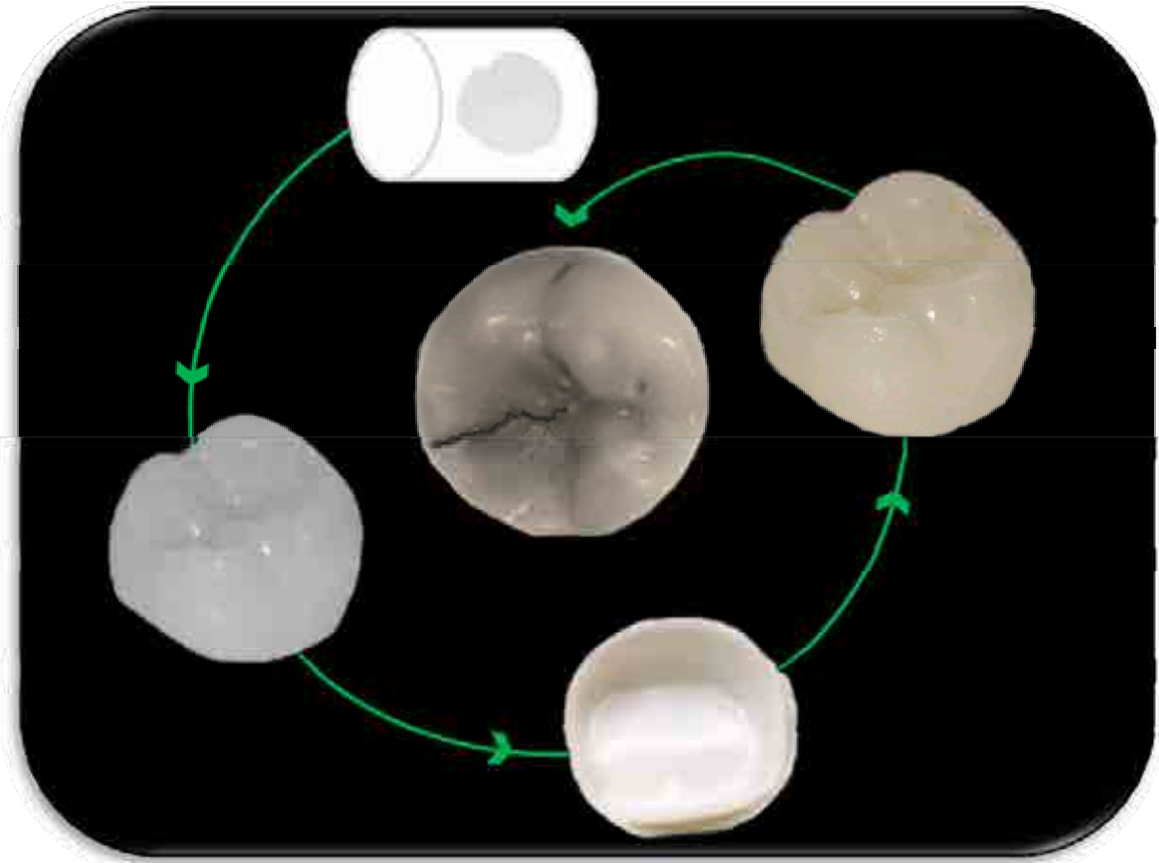
A partir de la obtención de la carga para la grieta anillo crítica se realizaron ensayos de contacto estático y cíclico en aire y saliva artificial de los que se observó que la corrosión bajo tensión es el mecanismo principal que conduce a la degradación, sin embargo, la fatiga mecánica también contribuye al mecanismo de daño. Los ensayos de contacto cíclico en presencia de aire y saliva artificial confirmaron la influencia del medio frente a la respuesta al daño, dado que en presencia de un medio acuoso la fractura del material se produce antes.

Se estimó el tiempo promedio hasta el fallo de las prótesis de un contacto realista diente-prótesis, encontrándose que este tiempo oscila entre 1 y 4 años, lo cual coincide con datos clínicos reportados. El bruxismo resulta ser una de las principales causas de daño en las prótesis, por lo que el tratamiento de éste pudiera bajar el porcentaje de fallo.

Finalmente, con el interés de mejorar la respuesta mecánica de la porcelana, se le realizaron adiciones de polvos de 3Y-TZP y SiO₂ en diferentes porcentajes para generar segundas fases y por tanto, nuevas formulaciones porcelánicas. Con la adición de

partículas de 3Y-TZP a la porcelana se consiguió aumentar la tenacidad de fractura y mejorar la resistencia al contacto. Sin embargo, para algunas formulaciones la transparencia se vio afectada. Por tanto, la adición de 1% de 3Y-TZP resultó ser la mejor combinación en apariencia estética y respuesta mecánica. Las partículas de SiO₂ no afectaron la apariencia estética de la porcelana, de igual manera, tampoco mejoraron las propiedades mecánicas.

Capítulo 1



Introducción

Los materiales cerámicos están siendo utilizados cada vez más en aplicaciones dentales, tanto en implantes como en prótesis debido a su superioridad estética, durabilidad, baja reacción química (bioinercia) y biocompatibilidad. Así, la circona recubierta con porcelana feldespática permite el diseño de las prótesis dentales proporcionando en conjunto resistencia mecánica y apariencia estética, requisito fundamental en el campo dental.

Sin embargo, debido a la fragilidad de estos materiales, implica que están sujetos a fallas prematuras, especialmente cuando se exponen a ambientes húmedos bajo cargas de contacto continuas como bien se observa en las funciones orales [1,2].

Por tanto, el objetivo principal de esta tesis es el estudio del daño por contacto de la porcelana VITA VM9 (materias primas dentales comerciales) y la posterior modificación de ésta para mejorar su resistencia al contacto.

En éste capítulo se realiza una revisión teórica de los diferentes temas tratados en esta tesis. Se abordarán brevemente las características de los materiales, los daños que se presentan particularmente en la porcelana y los métodos más relevantes de caracterización empleados.

1.1. Materiales Dentales

Los materiales dentales pueden ser clasificados como materiales naturales o materiales artificiales, que son los principalmente usados para las restauraciones dentales y los implantes [3].

Algunos son usados para la elaboración del esqueleto o espesor total de la restauración, mientras que otros constituyen la capa de recubrimiento de estructuras opacas de metal o cerámico [4].

Históricamente la tecnología dental se inició sobre el año 700 a.C. y se mantuvo prácticamente sin desarrollos significativos hasta el siglo XVIII. En este siglo se utilizó

inicialmente como reemplazos artificiales huesos (o marfil) y dientes de animales como elefantes e hipopótamos, así como dientes extraídos de donantes humanos.

La base para esta selección fue la compatibilidad biológica y la adaptación mecánica de los mismos al paciente. Sin embargo, se experimentaron otros inconvenientes como la porosidad de algunos dientes de animales e inestabilidad frente a agentes corrosivos contenidos en la saliva y en la comida, lo cual derivó en problemas de manchado, deterioro y mal olor. Así mismo, las características ópticas no coincidían con los dientes naturales por lo que las restauraciones carecían de un buen acabado estético [4,5].

Fue entonces cuando se impulsó el uso de la porcelana dental. Inicialmente la cerámica dental fue adaptada a las formulaciones europeas para fabricar loza (arcilla, cuarzo y feldespatos) hasta obtener finas porcelanas translúcidas comparables con la porcelana china, consiguiéndose usar éstas en las prótesis dentales.

El reemplazo del calcio por feldespatos y la cocción a altas temperaturas marcó grandes desarrollos en el año 1774, así mismo en este año se manufacturó la primera prótesis completa de cerámica.

Entre 1838 y 1949 con la introducción del horno de vacío se presentaron mejoras en la translucidez y coloración. En 1885 surge la primera innovación del sistema metal-cerámica y en 1886 se introduce la primera porcelana feldespática fundida para incrustaciones y coronas. A pesar de su apariencia estética, la popularidad de estas porcelanas sólo fue relevante cuando se adicionó alúmina como fase reforzante, sin embargo, el mayor desarrollo se alcanzó cuando en 1950 se adicionó leucita para elevar el coeficiente de expansión térmica permitiendo su fusión sobre algunas aleaciones de oro para fabricar coronas y dentaduras parciales fijas [5,6].

Para la selección de un material (artificial) para una aplicación dental, es necesario tener en cuenta factores como comportamiento frente a la corrosión, resistencia y resistencia al desgaste, coste, disponibilidad, biocompatibilidad y estética. Estos materiales están

agrupados principalmente en tres categorías: metales y sus aleaciones, cerámicos, polímeros y compuestos [3].

Esencialmente las formulaciones dentales contienen un 75 a 85% en masa de feldespato comparado con el 15 a 25% en masa de la porcelana blanca [4,5].

A continuación se realiza un breve resumen de algunos materiales utilizados en el mercado dental. Esta clasificación está basada fundamentalmente en la composición de dichos materiales. Se hace especial énfasis en los cerámicos y recubrimientos dado que se relacionan estrechamente con el presente trabajo. Entre los cerámicos de más alta resistencia utilizados en odontología actualmente se encuentra la alúmina, la circona y la vitrocerámica. La mejora en la resistencia y en su longevidad son las características más relevantes de estos [7]. La porcelana por su apariencia estética se suele emplear como recubrimiento en la mayoría de casos.

1.1.1. Cerámicos compuestos: cerámica/polímero

En la actualidad los materiales compuestos a base de resina son los más ampliamente utilizados en restauraciones dentales. Los primeros compuestos se desarrollaron con resinas poliméricas sin ningún relleno, por lo que carecían de una buena resistencia mecánica. Para mejorar sus propiedades se le incorporó a la matriz de resina partículas reforzantes, alcanzando mejores aplicaciones e incrementando su uso, sin embargo, el mayor problema que se sigue encontrado en estos, es el desgaste respecto a los metales o cerámicos en aplicaciones de soporte de esfuerzos, además continúan siendo limitantes factores como la estabilidad del color, la resistencia a la humedad, la contracción de la polimerización y la microfiltración [3,8].

1.1.2. Vitrocerámicas

Las vitrocerámicas son materiales multifases constituidas por al menos una fase vítrea y una fase cristalina. Se producen por medio de la nucleación y cristalización controlada de la fase vítrea, adquiriendo de esta manera características de ambas fases que le

confieren una especial combinación de propiedades [9]. Se empezaron a utilizar en dientes artificiales, recubrimientos y coronas a partir de 1968 [10].

Este sistema cerámico actualmente lo desarrolla principalmente In-Ceram (VITA-Zahnfabrik) donde a un núcleo poroso de aluminio se le infiltra vidrio para rellenar los espacios libres debidos a las partículas de alúmina, obteniéndose una restauración con mejores propiedades físicas que le hace muy similar al diente natural [6].

Para la obtención de una estructura dental bajo el proceso vitrocerámico se funde un vidrio en un molde con forma de incrustación, empaste o corona dental y luego se le aplica un tratamiento térmico superior a 1000 °C para conseguir una cristalización y determinando la formación de una estructura bifásica. Este proceso permite conseguir una porcelana con propiedades superiores a las feldespáticas pero no superiores a las que son reforzadas con alúmina [11,12].

Esta técnica ha sido comercializado bajo el nombre de Dicor (Dentsply International Inc, York, Pa.) ahora, aunque ha conseguido un buen acabado estético, la tenacidad de fractura es muy baja por lo que resulta más adecuado la fabricación de incrustaciones vitrocerámicas ya que el problema de agrietamiento por tensión, particularmente en estructuras delgadas sigue persistiendo [10].

1.1.3. Cerámicos aluminosos

Los cerámicos de alta alúmina generalmente contienen como mínimo un 95% de alúmina pura (Al_2O_3). Los componentes de alta alúmina se obtienen comprimiendo finos polvos de ésta dentro de un molde metálico diseñado para compensar su contracción en polvo (15 a 20%) durante la siguiente sinterización. El resultado final es una estructura cristalina con una resistencia aproximada de 800MPa [6,10].

La alúmina sinterizada fue inicialmente usada en restauraciones dentales en forma de perfiles prefabricados para la elaboración de coronas, prótesis parciales fijas y otros. En la actualidad continúa usándose como núcleo para prótesis. El control de la contracción

actualmente se ha ido mejorando con el uso de la tecnología computarizada para diseñar matrices de gran tamaño con el sistema Procera [10].

Las porcelanas y la circona también hacen parte de esta gran familia de materiales dentales, pero dada su amplitud y la importancia que tienen en este trabajo, se tratarán a continuación en apartados diferentes.

1.2. Porcelanas dentales

Aunque ya se ha mencionado el desarrollo evolutivo que ha tenido la porcelana dental a través del tiempo, no sobra resaltar su definición según la fuente, Jablonski's Dictionary of Dentistry: *“La porcelana dental es un tipo de porcelana usada para restauraciones dentales, ya sea fundas para coronas o incrustaciones, dientes artificiales o coronas de metal-cerámica. Es esencialmente una mezcla de partículas de feldespato y cuarzo, el feldespato funde primero proporcionando una matriz vítrea para el cuarzo. Esta porcelana se produce mediante la mezcla de polvos cerámicos (cuarzo, caolín, pigmentos, opacificantes, fundentes apropiados y otras sustancias) con agua destilada”* [13].

Otros autores la describen como una porcelana dental usada en odontología para restauraciones rígidas (carillas, incrustaciones y otros), coronas, prótesis fijas (puentes), y en recubrimientos de sólo cerámicas o estructuras metálicas (porcelana fundida sobre metal) para ponerse en contacto directo con los dientes opuestos durante las funciones orales [11,14,15].

Por su diversa composición también se le ha definido por Macchi [10] como “un material compuesto por óxidos metálicos que es conformado y luego consolidado por medio de un tratamiento térmico a alta temperatura y en cuya estructura final se diferencian fases amorfas (vidrio) y cristalinas (cristales)” [11].

La porcelana dental se diferencia fundamentalmente de la porcelana utilizada para otras finalidades en su bajo o nulo contenido de caolín dado que éste le proporciona un

resultado final muy opaco. La presencia del feldespato constituye un componente fundamental para la formación durante la fusión de un vidrio feldespático y cristales de leucita, los cuales tienen un índice de refracción similar al de la fase vítrea obteniéndose una translucidez propia del campo dental [11].

En la actualidad existen tres clasificaciones principales para las porcelanas dentales según los siguientes parámetros [16]:

- ◆ Temperatura de sinterización.
- ◆ Técnica de procesamiento.
- ◆ Composición química.

❖ **Temperatura de sinterización:** las porcelanas se clasifican en función de la temperatura a que deben ser llevadas para que se dé la cocción óptima:

- *Alta sinterización* (por encima de 1300°C)
- *Media sinterización* (1050-1300°C)
- *Baja sinterización* (850-1050°C)
- *Muy baja sinterización* (por debajo de 850°C).

Las más utilizadas para las restauraciones y prótesis son las de baja y muy baja sinterización [10,16,17].

❖ **Técnicas de procesamiento:** las técnicas más relevantes utilizadas en el laboratorio son:

- *Técnica de condensación:* Se basa en la obtención del duplicado de un modelo original de escayola (obtenido directamente del paciente) mediante un material refractario resistente a las altas temperaturas de la cerámica. La porcelana se aplica directamente sobre estos moldes y una vez sinterizada se retira y se coloca sobre el modelo primario para hacerle el acabado final.

- *Técnica de sustitución a la cera perdida:* se parte de un modelo en cera que posteriormente y mediante colado o inyección por presión, se transforma hasta conseguir una cofia interna o pieza de restauración.

- *Técnica de procesado por ordenador:* la tecnología CAD-CAM (*Computer-Aided Design/Computer-Aided Manufacturing*, o bien, *diseño dirigido por ordenador/fabricación dirigida por ordenador*) cada día se impone más en el mercado sustituyendo la confección manual por sofisticadas técnicas de diseño y fabricación asistidas por ordenador [16,18].

❖ *Composición química:* de acuerdo con la microestructura de las porcelanas dentales, éstas se clasifican principalmente en feldespáticas y aluminosas [16]. Estas porcelanas, al igual que otros materiales de aplicación actual, se resumen a continuación.

En la Tabla 1, se relacionan ciertos productos dentales comerciales que han sido estudiados por algunas de las referencias consultadas. Inicialmente Ban [19] realizó una recopilación detallada de estos materiales donde señala la composición, las propiedades, el método y las temperaturas de procesado.

Para las restauraciones dentales con aplicación de estos productos se cuenta con sistemas de diseño y gestión asistidos por ordenador, tales como la tecnología CAD/CAM, Cerec®, Procera®, Etkon®, Duret®, Precident DCS®, Cicero®, entre otros [16].

Tabla 1. *Algunas cerámicas y porcelanas dentales comerciales.*

Producto	Nombre comercial	Fabricante
Circona [7,16,19-22]	In-Ceram Zirconia Blanks	VITA
	Lava™	3M ESPE
	Cercom®	Ceramco
	In-Ceram YZ Cubes	VITA
	IPS e.max Zir→CAD	Ivoclar® Vivadent
	inCoris ZI	Sirona
	Cerec®	Sirona
	Procera AllZircon Y-ZrO2	Nobel Biocare
Alúmina [7,19-21,23-25]	3Y-TZP	Tosoh
	Procera AllCeram Al2O3	Nobel Biocare
	In-Ceram Alumina Blanks	VITA
Espinela [16,19]	inCoris AL	Ivoclar® Vivadent, Sirona
	In-Ceram spinell blanks	VITA
Cerámicas y recubrimientos feldespáticos [7,16,19,23,24, 26-29]	IPS Empress®	Ivoclar® -Vivadent
	- Vitablocks® Mark II	VITA
	- VITA®Triluxe	
	- Vitadur-α	
	- VM7	
	- VM9	
- Lava Ceram		
Vitrocerámica reforzada con leucita [27]	ProCad o IPS Empress→CAD	Ivoclar® Vivadent
Vitrocerámica de disilicato de litio [30]	Empress II	Ivoclar® Vivadent
Vitrocerámica reforzada con leucita [5,8,19,26,27]	Dicor	Ivoclar-Vivadent, Dentsply
Composite: cerámica/polímero [22]	Paradigm MZ100	3M ESPE

La estructura de una restauración está compuesta generalmente de porcelanas fundidas sobre metal o cerámicas de alta resistencia o también pueden ser fabricada completamente de una cerámica dental estética [4]. En la Figura 1, se esquematizan las partes de una restauración dental.

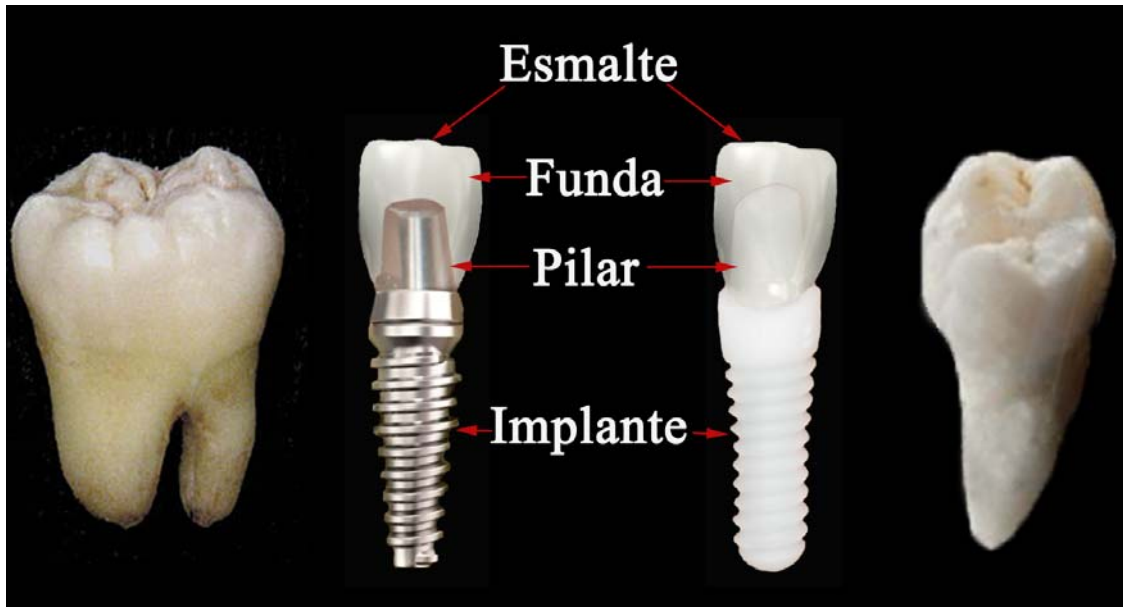


Figura 1. *Partes de una restauración dental. El implante, el núcleo y la funda pueden ser fabricados de metal o cerámica, en cualquier caso es recubierto con una porcelana dental. En los lados de la imagen se observan dos dientes naturales.*

De otro lado, en la Tabla 2, se relacionan las propiedades de algunos materiales.

Tabla 2. Propiedades de los materiales cerámicos [1,19,31-34].

Material	Nombre	M. Young E (GPa)	Dureza H (GPa)	Tenacidad K_{IC} (MPa·m ^{1/2})	T. Rotura σ (MPa)	R. Flexión (MPa)	CET α (10 ⁻⁶ K ⁻¹)	Densidad ρ (g/cm ³)
Recubrimientos								
Porcelana feldespática reforzada con leucita	VM9	65,72	7.3, 9.5	0.6	—	100	8.8-9.2	—
Porcelana feldespática	VM7	—	—	—	—	—	6.9-7.3	—
Porcelana feldespática reforzada con sanidina	Mark II	68	6.2	0.9	100	—	—	—
Vitrocerámica reforzada con leucita	Empress	67	5.6	1.4	120	—	—	—
Vitrocerámica (Li ₂ O-2SiO ₂)	Empress II	96,104	5.5	2.9,3.3	320	400	10.6	—
Vitrocerámica (Mica + vidrio)	Dicor	70	—	2.5	—	152	7.2	2.7
Sustratos								
Y-ZrO ₂	InCeram	245, 270	12.3, 13.1	3.0, 3.5	440, 550	—	—	—
3Y-TZP	Tosoh	205	12	5.4,5.9	1400	>900	10.5	6.05
Y-ZrO ₂	Lava	210	—	10	—	1272	10	6.08
Y-ZrO ₂	Cercon	200-210	—	9-10	—	900- 1200	10.5	6.1

1.2.1. Porcelanas opalescentes

En 1962 se conoció la primera patente donde se incorporaba finas partículas de óxidos (tamaño de grano inferior a $5\mu\text{m}$) como alúmina, aluminio o silicatos de circonio, circonio, y estaño en una porcelana dental, obteniéndose un recubrimiento opalescente [10].

La opalescencia es un efecto presente en los dientes aunque a pequeña escala, por tanto, se ha incorporado este efecto en las porcelanas dentales (metal-cerámico y cerámico) mediante la adición de pequeñas concentraciones de óxidos con un alto índice de refracción en un rango cercano a la longitud de onda de luz visible, proporcionando una translucidez, matiz y textura más natural a las restauraciones.

Las composiciones opalescentes no difieren mucho de las porcelanas feldespáticas, por lo que las propiedades físicas son semejantes entre sí. La resistencia a la flexión parece ser igual o mayor respecto a las porcelanas metal-cerámico [5]. La elección del tamaño de las partículas es un compromiso entre resistencia y estética.

1.2.2. Porcelana reforzada con alúmina

La dispersión de cristales cerámicos con alta resistencia y módulo elástico dentro de la matriz vítrea puede aumentar la tenacidad de fractura de una porcelana dental. Así mismo, mientras la matriz vítrea tenga una expansión térmica similar a la de los cristales no se introducirán tensiones residuales significativas [10].

Las porcelanas reforzadas con alúmina se desarrollaron a partir de 1965 como una alternativa para mejorar la resistencia relativamente baja de la porcelana feldespática con leucita.

La presencia de alúmina disminuye la fragilidad y desvitrificación, pero al mismo tiempo y como resultado de su cristalización, se produce un aumento significativo de opacidad debido al aumento de centros de dispersión, por lo que su uso como recubrimiento se ve limitado, siendo necesario que el acabado final se realice con una

porcelana más translúcida como la porcelana feldespática, la cual ha de tener una variación dimensional térmica similar [7,11,16].

1.2.3. Porcelana sobre metal

Las restauraciones *metal-cerámico* o *ceramometálicas* vienen siendo utilizadas desde hace más de 50 años, en los que las aleaciones metálicas que constituyen el sustrato metálico y las porcelanas de recubrimiento han alcanzado sustanciales desarrollos.

Las primeras restauraciones metal-cerámicas se elaboraron usando polvos porcelánicos con porcentajes de 11 a 15% de K_2O y elevando la temperatura de $700^{\circ}C$ a $1200^{\circ}C$ produciéndose una alta expansión vítrea, resultado de la cristalización de la leucita facilitando la unión con el metal. Por tanto, la proporción de K_2O es el punto de partida para obtener la expansión térmica necesaria para la unión entre la porcelana y el metal.

Una composición promedio de estos cerámicos sería: SiO_2 (63,2%), Al_2O_3 (17,5%), CaO (0,8%), Na_2O (5,7%), K_2O_3 (11,7%), y B_2O (1,0%) [10]. Sin embargo, estas alteraciones en el coeficiente de expansión térmica también pueden influenciar en el agrietamiento de la porcelana [5]. Para lograr una unión resistente, el vidrio debe mojar el metal, y las tensiones resultantes de la expansión y la contracción térmica no deben superar la resistencia a la tracción del vidrio [10].

Las aleaciones metálicas para la adhesión con la porcelana dental deben ser estables a altas temperaturas y producir películas delgadas de óxido que a altas temperaturas se disuelvan parcialmente en el vidrio. Las aleaciones típicamente consideradas para restauraciones dentales son las de oro, cobre, oro-paladio, níquel, cobalto y titanio [3]. Las aleaciones con un alto porcentaje de oro puro (mínimo de 84%) son de las más usadas [10]. El mayor inconveniente de estos metales ha sido la diferencia en color respecto al tejido dental y la irritabilidad o citotoxicidad en el tejido celular debido a un metal [3].

La apariencia estética ha traído inconvenientes significativos puesto que a medida que las porcelanas se someten a los diferentes procesos de cocción, el color y la translucidez sufren variaciones, limitando cada vez más su uso en aplicaciones dentales [5].

1.2.4. Porcelanas sobre cerámica

Las porcelanas sobre cerámica son bastante aplicadas en odontología debido a que ofrecen una apariencia estética incomparable con otros materiales, siendo la porcelana feldespática la que mayor aplicación está alcanzando en materia de restauraciones.

➤ *Porcelanas feldespáticas*

La mayoría de los cerámicos tienen dos fases: una fase vítrea que a menudo es responsable del comportamiento estético y una fase cristalina que se asocia con una mejora en la tenacidad de fractura del material [6].

La porcelana feldespática es una mezcla de potasio feldespático, cuarzo y caolín. Otros componentes son los óxidos de sodio, potasio, calcio, aluminio y magnesio que controlan el coeficiente de expansión térmica. El zinc, hierro, cobre, titanio, níquel, manganeso y cobalto actúan como pigmentos; el estaño, circonio y titanio actúan como opacificantes [6,12].

El feldespato es una mezcla de óxidos de potasio, sodio y aluminio en determinadas proporciones; su fusión da lugar al vidrio feldespático y cristales de leucita. El resultado es la alta translucidez que gana la porcelana pero con una baja resistencia que hace que sólo pueda ser usada en restauraciones que no reciban elevados esfuerzos, tal como, recubrimiento de otras estructuras cerámicas o metálicas [11,16].

Sin embargo, modificando la composición y el tratamiento térmico es posible obtener cristales de leucita con variados tamaños y cantidades que pueden lograr un aumento en la resistencia mecánica permitiendo su uso en restauraciones más exigentes como las coronas dentales. Esta mejora trae consigo la disminución en la translucidez, que tiene

que ser compensada utilizando porcelanas feldespáticas comunes en los acabados finales de las estructuras [11].

La forma, el tamaño (granos, partículas rellenas, poros) de las superficies abrasivas (factores que influyen el desgaste) dependen también de los elementos microestructurales de la cerámica, así como de su tenacidad de fractura y dureza [5]. Dicho de otra manera, las propiedades de las porcelanas feldespáticas dependen de su composición, microestructura, esfuerzos residuales y acabado superficial [35].

Las porcelanas dentales feldespáticas son usadas en restauraciones monolíticas y especialmente en recubrimientos de coronas y dentaduras parciales fijas, debido a su apariencia (color y translucidez) [17]. El rango común de espesor de la porcelana en las restauraciones estéticas comprenden de 0.3 -1.5 mm [17,36]. Los radios de contacto oclusal comprenden un rango de 1 a 10 mm [2].

Las coronas de zircona recubiertas con porcelana feldespática han incrementado su demanda en las prótesis dentales debido a que su apariencia es muy similar a los dientes naturales [14,17,37]. En la Tabla 3, se registra la composición principal de la porcelana feldespática comercial según [12].

➤ *Porcelanas feldespáticas reforzadas con Leucita*

La leucita ($K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 4SiO_2$) es el aluminosilicato potásico más ampliamente utilizado como relleno cristalino en los cerámicos dentales. Inicialmente, se utilizó para incrementar el coeficiente de expansión térmica y posteriormente como fase reforzante consiguiendo una mejora en la tenacidad de fractura. Puede estar presente en la porcelana feldespática mediante la fusión incongruente del feldespato potásico, o bien, a través de la adición de un polvo sintético [4,6].

Tabla 3. *Algunas porcelanas dentales y su composición.*

	Biodent	Ceramco	Ivoclar	VITA
SiO ₂	56.9	62.2	60.9	56.8
Al ₂ O ₃	11.8	13.4	14.4	16.3
Na ₂ O	5.4	5.4	4.0	8.6
K ₂ O	10.0	11.3	14.0	10.3
TiO ₂	0.6	---	0.3	0.3
ZrO ₂	1.5	0.3	0.1	1.2
SnO ₂	---	0.5	---	---

Tiene un alto coeficiente de expansión térmica, además, presenta transformaciones alotrópicas que van acompañadas de un significativo cambio de volumen. Esta se forma por la fusión incongruente del feldespato de potasio (K₂O·Al₂O₃·6SiO₂). En el vidrio feldespático tiene un contenido de K₂O superior al 12%.

Se ha encontrado que la adición de un 15 a 25% de leucita incrementa el coeficiente de expansión térmica de la fase vítrea desde $10.7 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ a un rango de $13\text{-}15 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Así mismo se ha reportado que un incremento en el contenido de leucita de 10 a 20% incrementa la resistencia a la flexión de las porcelanas feldespáticas de 34 a 64 MPa [4,38].

La leucita constituye la fase cristalina en las porcelanas feldespáticas pero debido a su índice de refracción similar al de la matriz vítrea (vidrio feldespático), también contribuye con la translucidez del conjunto estructural. Por esta misma razón se ha llegado a reportar adiciones de 40 a 55% en masa, para fortalecer la dispersión consiguiendo aún translucidez aceptable estéticamente [4,6].

En la leucita se produce microgrietas dentro y alrededor de sus granos por la transformación cubica a tetragonal que ocurre durante el enfriamiento para generar un cambio de volumen de aproximadamente 1.2% que se produce por debajo de la

temperatura de transición vítrea. Esto podría también influenciar en las características físicas de las porcelanas dentales. Algunos estudios coinciden en que si los cristales de leucita fuesen más pequeños y uniformemente distribuidos estos cerámicos serían más fuertes [4].

➤ *Porcelana Feldespática, VITA-VM9*

Como ya se ha mencionado, la porcelana VITA-VM9 (2M2 Base Dentina) ha sido el principal material estudiado en esta tesis. El interés inicial fue trabajar con un material comercial.

Esta porcelana ha sido diseñada especialmente para recubrir estructuras cerámicas con alto contenido cristalino como la circona. Se caracteriza por tener un tamaño de partícula fino, para mejorar su resistencia y tenacidad respecto a las de tamaño más grueso y su resistencia al desgaste [33,39].

Algunas de sus propiedades ya se señalaron en la Tabla 2. Su composición se señala en la Tabla 4 [31].

Tabla 4. *Composición de la porcelana feldespática, VITA-VM9.*

Composición, VM9				
SiO ₂	Al ₂ O ₃	K ₂ O	Na ₂ O	B ₂ O ₃
60-64	13-15	7-11	4-6	3-5

1.2.5. Adición de segundas fases

Aunque la porcelana feldespática es el material de recubrimiento por excelencia, algunos estudios sobre restauraciones base circona han reportado daños debido al desportillamiento y delaminación del recubrimiento porcelánico [28,40-42], con hasta un 30% de fallas ocurridas después de 2 a 5 años de uso [1,25,41,43-49].

La adición de circona como segunda fase de acuerdo a Denry [27], Kang *et al* [50], Frith *et al* [51], Morena *et al* [52] y Kon *et al* [53], es beneficiosa para aumentar las propiedades mecánicas de las porcelanas, particularmente la tenacidad de fractura, la cual ha presentado incrementos desde 20% a 80% respecto a las condiciones iniciales. La resistencia a la flexión y al choque térmico se mejora también sustancialmente. Sin embargo, se presentan otros inconvenientes como la reducción de la translucidez y la temperatura de fusión.

El cuarzo es el principal componente de la porcelana dental feldespática, tiene tres polimorfismos principales cuarzo, tridimita y cristobalita que a su vez presentan formas alotrópicas de alta y baja temperatura. Tokunaga *et al* [54] para mejorar las propiedades mecánicas de las porcelanas feldespáticas adicionó como partículas dispersantes vidrio de sílice y cristobalita obteniendo un significativo aumento de la tenacidad de fractura, aunque también un decrecimiento de la translucidez con la adición de cristobalita.

1.3. Circona Dental

La circona (ZrO_2) ha sido utilizada en diferentes aplicaciones industriales tales como, refractarios, herramientas de corte, barreras térmicas (alabes de turbinas), células de combustible, restauraciones dentales, entre otros.

En su estado sin dopar presenta tres formas alotrópicas estables a diferentes temperaturas. La fase monoclinica (*m*) está presente desde la temperatura ambiente hasta 1175°C, la fase tetragonal (*t*) desde 1175 °C hasta 2370 °C; y la fase cúbica (*c*) se obtiene desde la temperatura de 2370 °C hasta 2750 °C cuando alcanza la fusión [6,55,59].

La transformación de la fase tetragonal (*t*) a monoclinica (*m*) tiene lugar durante el enfriamiento e involucra esfuerzos de cizalla y una expansión de volumen de aproximadamente 3-4,5% [56,60].

El aumento de la tenacidad de fractura de las cerámicas de zircona está basado en la capacidad de retener la fase tetragonal metaestable a temperatura ambiente y en la capacidad de transformarla bajo tensión en las cercanías de la punta de la grieta [61]. Su estabilidad parcial se logra mediante la adición de óxidos dopantes como Y_2O_3 , MgO , CaO y CeO_2 a una concentración de 2-10% [56,59].

De la familia de los materiales cerámicos de zircona los sistemas más estudiados son la TZP (zircona tetragonal policristalina), PSZ (zircona parcialmente estabilizada) y DZC (cerámicos con zircona dispersada).

La zircona TZP, está formada casi totalmente por fase tetragonal, con un tamaño de grano de entre 0.2 y 1 μm . Generalmente se estabiliza con óxidos de itria o Ceria por tanto para distinguirlo se le asigna los prefijos “Y” y “Ce”. Ejemplo: 3Y-TZP y Ce-TZP. La PSZ, generalmente se obtiene mediante la adición de óxidos estabilizantes (8-10%) generalmente de Magnesio o Calcio y la sinterización a alta temperatura (~1600 °C). Ejemplo: Mg-PSZ y Ca-PSZ. Finalmente, la DZC compuesta por una dispersión de zircona tetragonal (5-30% en peso) en una matriz cerámica, donde particularmente la tenacidad de fractura dependerá de la transformabilidad de la zircona dispersada, por ejemplo la ZTA (alúmina reforzada con zircona) [56,62]. Aunque se tienen varios tipos de zircona para diferentes aplicaciones, sólo tres son comúnmente usadas en odontología: la Y-TZP, la Mg-PSZ y la ZTA.

En el campo dental la zircona es la única cerámica con valores de resistencia a la flexión requeridos para prótesis fijas recomendado por la Organización Internacional de Normalización (ISO, 1999) [40]. Así mismo, tiene el potencial de soportar las altas tensiones funcionales impuestas dentro de la cavidad oral [43,44].

La zircona dopada con itria (Y_2O_3) en diferentes concentraciones posee mejores propiedades mecánicas (principalmente combinación entre tenacidad de fractura y resistencia mecánica) que otros dopantes. Por tanto, es de gran interés en el área dental, biomédica y en varias aplicaciones ingenieriles [58,60].

Entre las diferentes aleaciones, la circona tetragonal dopada con 3% de itria (3Y-TZP) es la más recomendada como material de estructura para coronas y prótesis fijas debido a su alta resistencia a la flexión, tenacidad de fractura y fácil mecanizado en estado pre-sinterizado [25,60]. Está constituida por granos tetragonales con tamaño de grano submicrométricos (0.2-0.5 μm) [56,59,60]. La retención de la fase tetragonal a temperatura ambiente depende del tamaño de grano, del contenido de itria y el grado de contracción ejercida sobre la matriz. Así mismo, sus propiedades mecánicas dependen de este parámetro [56]. La Figura 2, muestra la relación el tamaño de grano, el porcentaje de Y_2O_3 y la transformabilidad.

Ya que las propiedades mecánicas dependen principalmente de su tamaño de grano [60], la sinterización tiene un alto impacto tanto en aspectos mecánicos como en estabilidad del producto final. La 3Y-TZP para restauraciones dentales sinteriza en un rango de 1350°C y 1550°C dependiendo del fabricante [60].

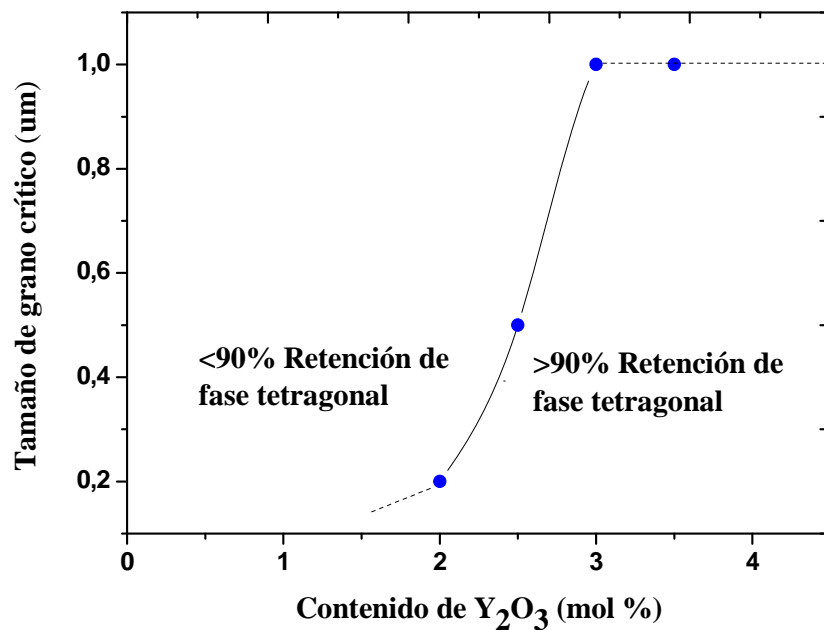


Figura 2. Retención de la fase tetragonal de la circona, respecto al tamaño crítico de grano y el contenido de itria. Imagen reproducida con permiso de [56] Elsevier Ltd.

La circona es también utilizada en restauraciones metal-cerámicas [44]. Sin embargo, debido a su translucidez limitada, ésta debe ser recubierta con porcelana para satisfacer las demandas estéticas. La Tabla 5, resume las propiedades de la circona 3Y-TZP.

Tabla 5. Propiedades de la circona [56].

Propiedades	3Y-TZP
Densidad (g/cm^3)	>6
Porosidad (%)	<0.1
Resistencia a la flexión (MPa)	900-1200
Resistencia a la compresión (MPa)	2000
Módulo de Young (GPa)	210
Tenacidad de fractura, K_{IC} ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)	5-10
Coefficiente de expansión térmica (K^{-1})	$11 \cdot 10^{-6}$
Conductividad térmica (WmK^{-1})	2
Dureza (HV 0.1)	1200

1.3.1. Degradación hidrotérmica

La circona puede presentar degradación a largo plazo (del orden de unos años en la boca del paciente) debido a la transformación de fase inducida por la presencia de agua.

El fenómeno de degradación a baja temperatura (LTD – *Low Temperature Degradation*) de cerámicos de circona ocurre por la transformación espontánea de fase tetragonal a monoclinica ($t \rightarrow m$) superficialmente, acompañada por micro agrietamiento. El mecanismo comienza con la adsorción de agua en la superficie, que desestabiliza la fase tetragonal, debido a la aniquilación de vacantes de oxígeno. Una vez nucleada la fase monoclinica en un grano, éste incrementa su volumen tensionando a los granos vecinos y creando microfisuras, que a su vez ayudan a la propagación autocatalítica de la fase monoclinica. La transformación, por lo tanto, ocurre por procesos de nucleación y crecimiento. Las principales variables que afectan la cinética de degradación son aquellas que influyen en la estabilidad de la fase tetragonal: contenido y distribución de estabilizante, contenido de fase cúbica, porosidad, tensiones residuales y tamaño de grano y forma [28,56,57,62,63].

Las condiciones esenciales para el envejecimiento a baja temperatura de Y-TZP se resumen a continuación [56,64]:

- Rango de temperatura crítico de 200-300°C (dándose también a temperatura ambiente).
- La transformación $t \rightarrow m$, causa la degradación la cual va acompañada de microagrietamiento del material, y posterior degradación de la resistencia mecánica.
- La transición $t \rightarrow m$ empieza en la superficie y progresa hacia el interior del material.
- La reducción del tamaño de grano y el incremento del contenido de estabilizante retarda la transformación.
- La transformación $t \rightarrow m$ se favorece en presencia de agua o vapor de agua.

1.4. Biomecánica de masticación

Aunque la estética es una de las principales razones para la elección de un material dental, la biocompatibilidad, durabilidad y la resistencia al desgaste también son factores claves para cumplir adecuadamente con las funciones de masticación y con una correcta integración en el cuerpo. Los cerámicos en principio reúnen varias de estas cualidades, pero a su vez poseen factores negativos como la fractura frágil que conduce al desportillamiento y a la fractura catastrófica [3,4]. Por esto, es importante entender las sollicitaciones mecánicas a las que puede ser sometido un implante dental.

Durante la masticación normal en ambiente húmedo (saliva), la carga aplicada a los dientes al inicio del contacto está en el rango de 3 a 20N intensificándose hasta alcanzar intervalos de 50 a 364N al finalizar el ciclo, aunque algunos autores han reportado cargas de masticación normal de hasta 600N [47,65]. Los tiempos de duración aproximados son de 0.25 a 0.70 segundos, y el radio de curvatura cuspal es de 2 a 4mm. Los periodos de carga de contacto por día oscilan entre 15 y 30 min [4,32,40,43,46,47,66,67].

Por otro lado, en comportamientos parafuncionales¹ como el bruxismo se han observado cargas más elevadas con períodos cortos de 450 a 900N [4,46,68]. Zhou y Zheng [3], señalan que pacientes con bruxismo habitual pueden llegar a aplicar cargas oclusales cercanas a 1000N, mientras que en pacientes sin bruxismo en los incisivos la máxima carga de mordida alcanzada es 100N aumentando gradualmente hasta conseguir alrededor de 500N en los molares. El bruxismo además mantiene un tiempo de contacto de 30 min a 3 horas en un periodo de 24 horas. Craig y Powers [69] incluso señalan máximas fuerzas de mordida en el diente natural o restauraciones dentales obtenidas bajo diferentes técnicas de medición que sugieren un rango de 200 a 3500N.

La magnitud de la fuerza depende principalmente de las propiedades físicas de los alimentos, al igual que la edad, sexo y la variabilidad entre personas [3,69]. Las fuerzas de masticación en los adultos presentan un progresivo decrecimiento, mientras que en los niños presenta un incremento anual del orden de 22N. De hecho, Craig y Powers reportan que en las restauraciones dentales se han observado valores de 65 a 235N en dentaduras parciales, mientras que en dentaduras completas el promedio en molares y premolares es de 100N y en los incisivos de 40N [69]. Okeson [70] por su parte señala que las fuerzas de mordida en las personas con dentadura postiza son una cuarta parte respecto a las registradas en personas con dientes naturales.

Estas variaciones, como ya se dijo, son probablemente debido a las diferentes características de las personas. De acuerdo a los estudios realizados en individuos con diferentes características se ha podido asumir que las fuerzas de oclusión y la respuesta al interior del tejido cambian respecto a la anatomía de localización, edad, maloclusión y colocación de un dispositivo restaurativo.

En general, los hombres pueden morder con más fuerza que las mujeres. Okeson [70] señala cargas de mordida máximas en los hombres de 525 hasta 630N mientras que en las mujeres oscila entre 350 hasta 440N. Okeson además reporta cargas máximas

¹ Proceso parafuncional: procesos no funcionales en los que se incluye el rechinar de los dientes, el bruxismo y otros hábitos orales.

Proceso funcional: Son las funciones básicas del sistema masticatorio (dientes, ligamentos periodontales, labios, lengua, mejillas y paladar) que incluyen tres actividades fundamentales: la masticación, la fonación y deglución [70].

aplicadas al primer molar desde 404 hasta 880N y en los incisivos centrales desde 129 hasta 226N.

Diferentes estudios indican que las fuerzas de masticación en el primer molar en pacientes con puentes fijos son acerca de 40% de la fuerza ejercida en los pacientes con dentadura natural [69]. Así mismo, estudios fractográficos de la superficie interna de las coronas molares muestran que en estas se localizan los más altos esfuerzos de tensión o acumulación de daño durante la carga, llegando a soportar de 100N hasta 1000N en más de un millón de ciclos de mordida [2,4].

La Figura 3 ilustra las áreas de contacto y sin contacto oclusal que se presentan en la cavidad oral. El área de contacto oclusal es la región en la que las dos cuerpos opuestos están en contacto directo (esto es; diente-diente, diente-restauración y restauración-restauración). Por lo general, es en esta región donde se produce el desgaste de los cuerpos. La superficie sin contacto oclusal es la región donde sólo se produce el desgaste causado por los alimentos, la pasta de dientes y otros objetos físicos [3].

En la Tabla 6, se resumen algunos aspectos del ambiente intraoral según Zhou y Zheng [3] y Kelly [4]. Estos parámetros como ya se ha mencionado varían ampliamente dependiendo del tipo de alimentación, el tamaño del bolo alimenticio, la acción físico-química de la saliva y los factores psicológicos, es por esta razón que algunos valores no coinciden con los datos mencionados anteriormente por los diferentes autores.

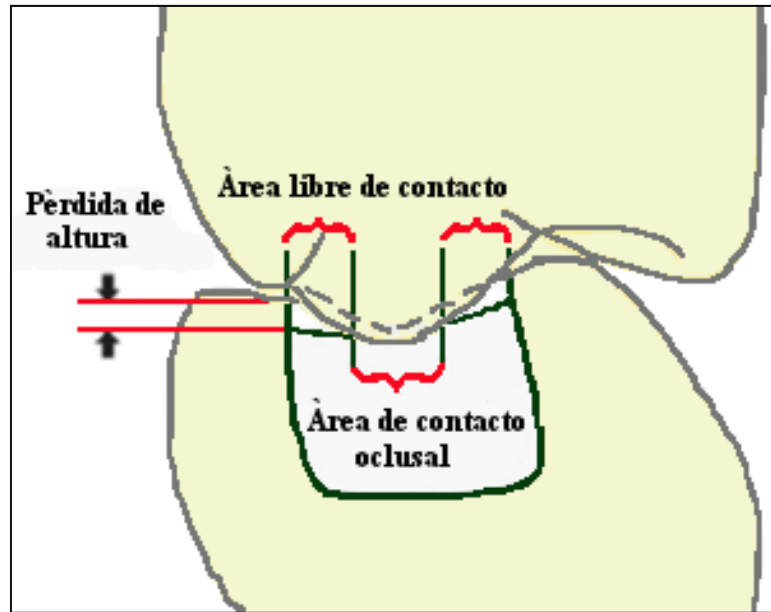


Figura 3. Zona de contacto oclusal. Imagen reproducida con permiso de [3] IOP Publishing ltd.

1.5. Fallos observados en la porcelana dental

El diseño inadecuado y el espesor de la capa cerámica, así como la dirección, magnitud y frecuencia de las cargas aplicadas, el tamaño y localización de las áreas de contacto oclusal pueden contribuir a fallas en el recubrimiento cerámico [31].

Entre los factores mencionados las cargas de contacto son las que más efectos negativos ejercen sobre la porcelana. Estas se generan durante las funciones orales como masticar², rechinar y apretar (bruxismo)³ [4,14,25,43,66]. Estas cargas mecánicas pueden generar grietas en la porcelana, que actúan como defectos iniciales para el desarrollo de la fractura en la prótesis dental [14].

² Masticación: Acción de aplastar, triturar y fragmentar los alimentos. En otras palabras, es una actividad muscular controlada, que produce un mínimo de lesión por contacto dentario en las estructuras [70].

³ Bruxismo: Es el apretamiento, golpeteo o rechinar de los dientes de forma inconsciente y no funcional. Esta contenido dentro del término “hiperactividad muscular” que describe todo aumento del nivel de la actividad de los músculos por encima de lo necesario para su función [70].

Tabla 6. *Parámetros intraorales.*

Funciones	Rango
Masticación normal	2-150 N (Carga aplicada)
Frecuencia de masticación	1-2 Hz
Ciclo de masticación	0.25-0.70 s (tiempo)
Bruxismo	200-800 N (Carga aplicada)
Ciclos por día	800-1400 (Movimientos)
Temperatura	65°C
pH	0.5-8.0
Velocidad de deslizamiento	0.25-0.50 mm/s
Distancia de deslizamiento	0.9-1.2 mm (Tamaño del daño)

La baja tenacidad de fractura de estos materiales (alrededor de $1.0 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$) es uno de los principales inconvenientes que presentan. La fractura de las porcelanas ocurre cuando una grieta preexistente se propaga de manera inestable bajo la aplicación de esfuerzos tensiles que posteriormente llevan a una fractura catastrófica. Sin embargo, antes de que ocurra la fractura, los defectos superficiales pueden presentar un crecimiento lento, principalmente en ambiente húmedo, tal como la cavidad oral, permitiendo que con el tiempo se degrade el material debido a la corrosión bajo tensión (fatiga estática) [15].

Debido al contacto entre un diente o restauración y un agente exógeno (ej. bolo alimenticio, pasta de dientes, palillo de dientes e hilo dental) o prioritariamente durante los procesos parafuncionales, se han encontrado áreas de desgaste o abrasión con un intervalo de rango de 1 a 4 mm^2 [3,4].

La delaminación es un modo de falla frecuentemente observada cuando el módulo elástico es muy alto y la diferencia en el coeficiente de expansión térmica entre el recubrimiento y el sustrato es grande [33].

El desgaste en la cavidad oral se ve influenciado por la carga aplicada, y los factores ambientales que interactúan con el material restaurador y el esmalte natural del paciente

que varía de persona a persona [39]. En general, las características de daño por contacto son una función de la tenacidad de fractura de los materiales involucrados, la microestructura (granos, poros, fases reforzantes) y las variaciones locales de las propiedades de ésta [4].

El desportillamiento es una falla típica de las cargas por contacto, normalmente producida cuando una grieta generada o propagada por las cargas de contacto deflecan debido a la presencia de una superficie libre cercana [71]. Estas fallas son atribuidas a diferentes factores, como baja tenacidad de fractura, inapropiado soporte de sustrato, baja cohesión y fuerzas de cizalla entre el sustrato de circonita y la porcelana de recubrimiento [72].

Existen diversos factores que pueden influenciar en el agrietamiento del recubrimiento producidos durante el procesamiento, como las diferencias en los coeficientes de expansión térmica entre el recubrimiento y el sustrato cerámico, la temperatura de cocción y la baja humectación en la preparación del recubrimiento [58].

En la literatura se registran pocos estudios sobre la degradación mecánica de estos componentes en servicio, por lo que es interesante evaluar el papel relevante de la fatiga por contacto en la generación y propagación de una grieta, o mejor aún si la falla en las restauraciones dentales obedece a una sobrecarga puntual o bien es el resultado de la degradación mecánica del material a lo largo del tiempo.

En la Figura 4 se observan varios casos de falla de la porcelana producidos durante servicio en los que se aprecia claramente fractografías asociadas a fallos de contacto.

La Figura 4a, ilustra la fractura por propagación de una grieta extendida a través de toda la corona molar cerámica después de 2 años en funcionamiento [1,2,32]. En la Figura 4b se observa una fractura catastrófica producida tanto en el sustrato como en el recubrimiento debido a las grietas radiales originadas mediante un valor medio de carga de $1227 \pm 221\text{N}$ [45]. La Figura 4c muestra el desconche de la porcelana fundida sobre un pilar de circonita [25]. Finalmente, la Figura 4d ilustra un desconche típicamente

observado en la zona proximal de una restauración de un material cerámico o compuesto [73].

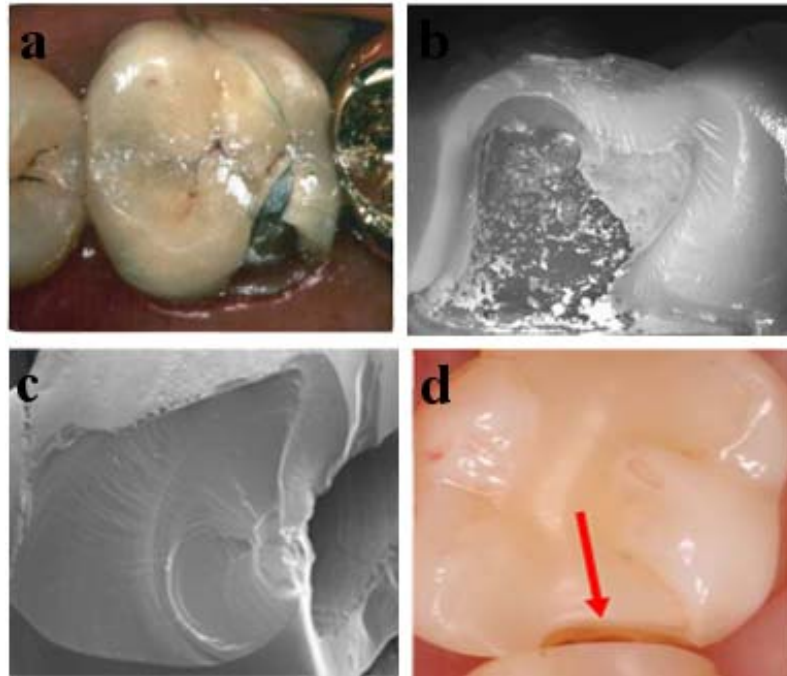


Figura 4. Ejemplos de daños en la porcelana dental. a) Fractura oclusal en una corona InCeram (porcelana/alúmina). b) Fractura catastrófica de la circona y el recubrimiento debido a la propagación de las grietas radiales. c) Desconche de la porcelana fundida sobre un pilar de circona. d) Desconche típico en un material restaurado. Imágenes reproducidas con permiso de [1,2,25,32,45,73] Elsevier Ltd. y John Wiley and Sons.

1.6. Contacto Hertziano

La aplicación de una carga P sobre la superficie plana de un material, utilizando indentadores esféricos de un material más rígido, puede analizarse en el marco de la mecánica de contacto Hertziano. Esta metodología ha sido tradicionalmente usada para el análisis y caracterización de la fractura y deformación de los materiales metálicos y cerámicos, entre otros. Este tipo de ensayo permite medir propiedades mecánicas como la tenacidad y el desgaste, su uso está cada día más extendido en las aplicaciones ingenieriles, particularmente, rodamientos y componentes de motor, así como recubrimientos, compuestos y materiales monolíticos [66,74].

El contacto esférico ofrece la ventaja de obtener información sobre los modos de daño y sus mecanismos, especialmente en los materiales cerámicos, permitiendo además, la observación de la evolución de los modos de daño a través de una transición progresiva desde la elasticidad inicial hasta desarrollar completamente la plasticidad, así como la generación de fisuras estables. En el contacto puntiagudo (Vickers, Knoop, y otros), a diferencia de éste, la elevada concentración de tensiones alrededor de la punta, produce la deformación plástica desde el inicio del contacto [66].

Con esta técnica se consigue la simulación de sollicitaciones mecánicas realistas en ciertas aplicaciones tales como masticación oral bajo adecuadas condiciones de ensayo (radio del indentador y carga aplicada). Varios sistemas biomecánicos como las restauraciones dentales, prótesis de cadera y hasta las válvulas cardiacas están siendo ampliamente estudiados consiguiéndose aproximaciones altamente cercanas a la realidad [75].

En el campo dental, debido al rango de factores que afectan la expectativa de vida de las restauraciones dentales, es importante caracterizar el daño y las grietas producidas bajo diferentes condiciones de cargas de contacto para entender las causas de falla, y a su vez mejorar el diseño de los componentes.

La indentación Hertziana, simula las condiciones de carga dentro de la boca como las fuerzas de masticación y curvatura cuspal del diente [1,2,36,40,43,46,67,76-81]. Los indentadores esféricos representan el contacto opuesto al esmalte y la estructura modelo con superficie plana representa la corona [1].

Cuando un material está bajo cargas de contacto, puede deformarse plásticamente o fracturarse antes de la deformación, y la grieta producida propagarse en el interior del material en un ángulo con el sustrato, adoptando la forma de un cono truncado. Esta grieta puede fracturar toda la prótesis, pero también puede actuar como un defecto inicial que puede causar posteriormente la falla completa de la prótesis.

La compresión de la forma y la longitud de la grieta, así como del daño producido por la indentación, es crucial para el desarrollo de nuevos materiales con una mayor integridad estructural y la fiabilidad para prótesis dentales. Algunos estudios previos, realizados sobre todo por Lawn y colaboradores han reportado daños generados por indentación sobre materiales modelo transparentes, como policarbonato, resina epóxica y vidrio sódico-cálcico [2,77]. Sin embargo, los recubrimientos porcelánicos no son transparentes, contienen un pequeño grado de porosidad y están compuestos de granos de leucita cristalina dentro de una matriz vítrea, que hace a este material diferente de los materiales modelo previamente usados en la literatura.

1.6.1. Teoría de Hertz sobre el contacto elástico

Gracias a que en los ensayos Hertzianos siempre hay un rango de cargas donde la deformación es elástica, es posible estudiar las propiedades elásticas de los materiales ensayados.

El contacto elástico entre un sólido esférico y otro plano o entre dos sólidos esféricos se explica con las condiciones de contorno apropiadas para favorecer los desplazamientos normales en superficie.

La ilustración del contacto entre un sólido plano y otro esférico se puede observar en la Figura 5. E y ν corresponden respectivamente al módulo de Young y coeficiente de Poisson de la superficie plana, mientras que E_i y ν_i son las constantes elásticas del indentador esférico de radio R_e , bajo una carga aplicada P .

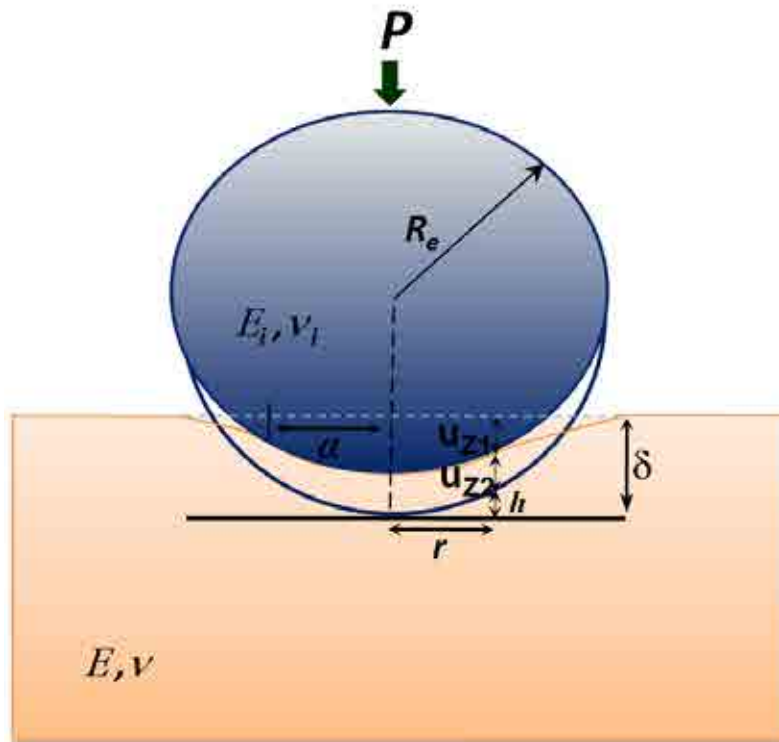


Figura 5. Contacto Hertziano de una esfera sobre un cuerpo plano.

Para el desarrollo de sus comprobaciones, Hertz consideró que los dos cuerpos podrían tratarse como sólidos elásticos semi-infinitos sometidos a presiones distribuidas sobre la superficie circular de contacto, por lo que es preciso que el área de contacto sea más pequeña respecto a las dimensiones de ambos cuerpos, para descartar los efectos debidos a las superficies libres. Adicionalmente, el radio de contacto a , ha de ser significativamente menor que R_e ($a \ll R_e$) para garantizar que la superficie de contacto sea plana y que las deformaciones sean elásticas debido a su poca incidencia en el material. En este marco de ideas:

$$u_{z1} + u_{z2} = \delta - h \quad (1)$$

Donde, u_{z1} y u_{z2} son los desplazamientos, respecto a las superficies sin deformar, de puntos en la superficie plana y esférica, respectivamente. δ , es el desplazamiento del centro de la esfera y h es la distancia entre las superficies sin deformar. Por tanto, $h = r^2/2R_e$, luego:

$$U_{z1} + U_{z2} = \delta - \frac{r^2}{2R_e} \quad (2)$$

Hertz comprobó que una distribución de presiones elíptica genera desplazamientos compatibles con esta ecuación.

Esta distribución de presiones tiene la expresión matemática:

$$P(r) = P_{m\acute{a}x} \sqrt{1 - \left(\frac{r}{a}\right)^2}, \quad r \leq a \quad (3)$$

Donde P_{max} es la presión máxima en el eje de carga, r es la posición radial y a radio de contacto.

Los desplazamientos normales son de la forma:

$$U_{zi} = \frac{1-\nu^2}{E} \frac{\pi P_{m\acute{a}x}}{4a} (2a^2 - r^2), \quad r \leq a \quad (4)$$

Sustituyendo los desplazamientos calculados en la ecuación 2:

$$\frac{\pi P_{m\acute{a}x}}{4a E_{eff}} (2a^2 - r^2) = \delta - \frac{r^2}{2R_e} \quad (5)$$

Donde E_{eff} es el módulo efectivo:

$$\frac{1}{E_{eff}} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \quad (6)$$

De la ecuación 5 e igualando términos tenemos:

$$a = \frac{\pi R_e P_{m\acute{a}x}}{2E_{eff}} \quad (7)$$

$$\delta = \frac{\pi a P_{m\acute{a}x}}{2E_{eff}} \quad (8)$$

Por tanto, teniendo en cuenta que la carga total se relaciona con la presión:

$$P = \int_0^a p(r) 2\pi r dr = \frac{2}{3} P_{m\acute{a}x} \pi a^2 \quad (9)$$

Finalmente, se obtiene a y δ en función de la carga aplicada

$$a = \left(\frac{3PR_e}{4E_{eff}} \right)^{1/3} \quad (10)$$

$$\delta = \frac{a^2}{R_e} = \left(\frac{9P^2}{16R_eE_{eff}^2} \right)^{1/3} \quad (11)$$

Luego, se obtiene la presión media (P_O) en la superficie de contacto:

$$P_O = \frac{P}{\pi a^2} = \frac{2}{3} P_{máx} = \left(\frac{16PE_{eff}^2}{9\pi^3 R_e^2} \right)^{1/3} = \left(\frac{4E_{eff}}{3\pi} \right) \frac{a}{R_e} \quad (12)$$

Reescribiendo la ecuación 12, se tiene finalmente la *ecuación fundamental de la teoría de Hertz* que relaciona las tensiones y deformaciones en régimen elástico [66,82-84]:

$$P_O = \left(\frac{3E}{4\pi\kappa} \right) \frac{a}{R_e} \quad (13)$$

Donde,

$$\kappa = \frac{9E}{16E_{eff}} = \frac{9}{16} \left[(1 - \nu^2) + (1 - \nu_i^2) \frac{E}{E_i} \right] \quad (14)$$

1.6.2. Campo de tensiones Hertzianas

Las expresiones para los componentes del campo de tensiones elástico en el sólido semi-infinito han sido expuestas por varios autores, entre ellos Lawn [66] y Jonhson [82]. Considerando un sistema de coordenadas (r, θ, z) con la dirección z a lo largo del eje de carga, Figura 6.

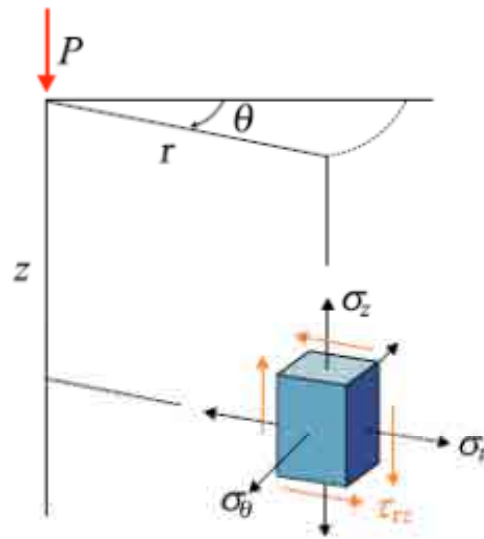


Figura 6. Componentes del tensor de tensiones en coordenadas cilíndricas [74].

Una vez calculadas las soluciones analíticas de las condiciones de contorno del contacto, las tensiones de normales y de cizalladura quedan expresadas de la siguiente manera [85]:

$$\begin{cases} \sigma_1 = \frac{1}{2}(\sigma_r + \sigma_z) + \left\{ \left[\frac{1}{2}(\sigma_r + \sigma_z) \right]^2 + \tau_{rz}^2 \right\}^{1/2} \\ \sigma_2 = \sigma_\theta \\ \sigma_3 = \frac{1}{2}(\sigma_r + \sigma_z) - \left\{ \left[\frac{1}{2}(\sigma_r + \sigma_z) \right]^2 + \tau_{rz}^2 \right\}^{1/2} \end{cases} \quad (15)$$

La condición $\sigma_1 \geq \sigma_2 \geq \sigma_3$ aplica en todos los puntos, excepto en una región superficial pequeña bajo el círculo de contacto, $0.97a \leq r \leq a$ donde $\sigma_3 > \sigma_2$ [85].

La tensión máxima tangencial o de cizalladura, τ_{13} , coincide con τ_{rz} , en el eje de carga.

$$\tau_{13} = \frac{1}{2}(\sigma_1 - \sigma_3) \quad (16)$$

La Figura 7 muestra los contornos de las tensiones mencionadas, resaltándose las regiones sometidas a tracción y cizalladura, las cuales son responsables de la fractura o deformación plástica en un material. Las tensiones de tracción son bajas y se localizan

en una región superficial cercana al círculo de contacto, mientras que las tensiones de cizalla son intensas y actúan debajo de la superficie de contacto.

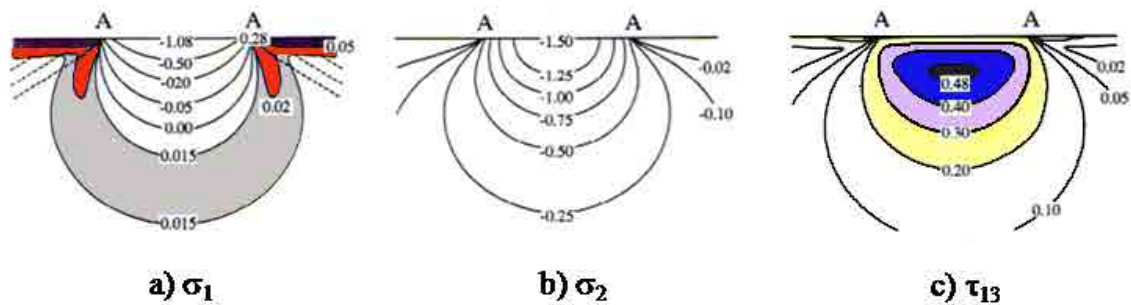


Figura 7. Tensiones del campo Hertziano en unidades de P_0 para $\nu=0,22$. Las curvas punteadas en (a) corresponden a las trayectorias de la tensión σ_3 . AA es la notación para el diámetro de contacto $2a$. Imágenes reproducidas con permiso de [66] John Wiley and Sons.

1.6.3. Tensión – Deformación por contacto

Bajo ensayos de contacto Hertziano también es posible medir la tensión-deformación de los materiales. Para hacer una representación de estas curvas, las tensiones se representan con la presión media $P_0 = \frac{P}{\pi a^2}$, mientras que el campo de deformaciones es función de a/R_e . Conociendo la carga aplica P , el radio de contacto a y el radio del indentador R_e . La respuesta obtenida se considera universal para este material, dado que es independiente de los radios del indentador utilizados. [74].

Este tipo de curvas son muy útiles para el estudio de la zona de deformación elástica y el comienzo de la deformación inelástica, sin embargo, tienen que ser tratados con cuidado cuando se analiza la región plástica ya que no se puede comparar directamente con un ensayo uniaxial.

La Figura 8 muestra un ejemplo de tensión-deformación por indentación Hertziana para un vitrocerámico en su forma amorfa y cristalina extraído de [65]. El tramo lineal de la curva cristalina corresponde al régimen elástico, donde, P_y , es la presión media crítica a la cual deja de ser lineal para iniciar la deformación permanente. La curva del material

amorfo representa además, la elástica de Hertz y la línea discontinua representan la presión crítica de inicio de la plasticidad.

Con los ensayos Hertz es posible evaluar las propiedades elásticas y plásticas, así como los daños por contacto que se generan en el material.

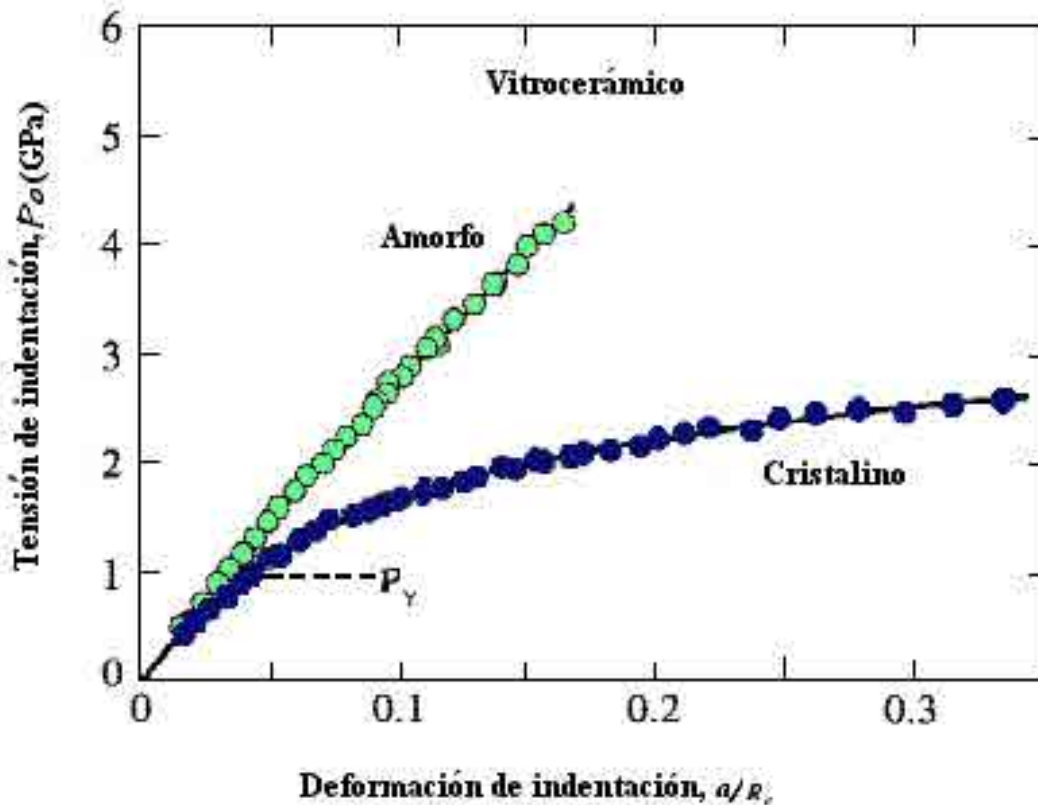


Figura 8. Curva tensión-deformación de un vitrocerámico en su forma amorfa y cristalina. Imágenes reproducidas con permiso de [66] John Wiley and Sons.

1.6.4. Daños por contacto Hertziano en materiales monolíticos

Durante los ensayos de indentación se generan tensiones que se localizan en diferentes regiones del material provocando su deformación permanente o fractura. En sólidos monolíticos se pueden presentar típicamente los siguientes tipos de daño [66,86]:

- *Grieta anillo*: este tipo de daño es totalmente superficial, con el incremento de la carga puede mantenerse estable o bien convertirse en una grieta cono, dependiendo del tamaño y distribución de defectos y del factor de intensidad de tensiones aplicado.

- *Grieta cono* (sólidos frágiles): se inicia en la superficie cerca del círculo de contacto.
- *Deformación plástica* (metales) o *cuasi-plástica* (cerámicos con alta tenacidad): se produce en una región subsuperficial situada debajo de la zona de contacto [1,32].

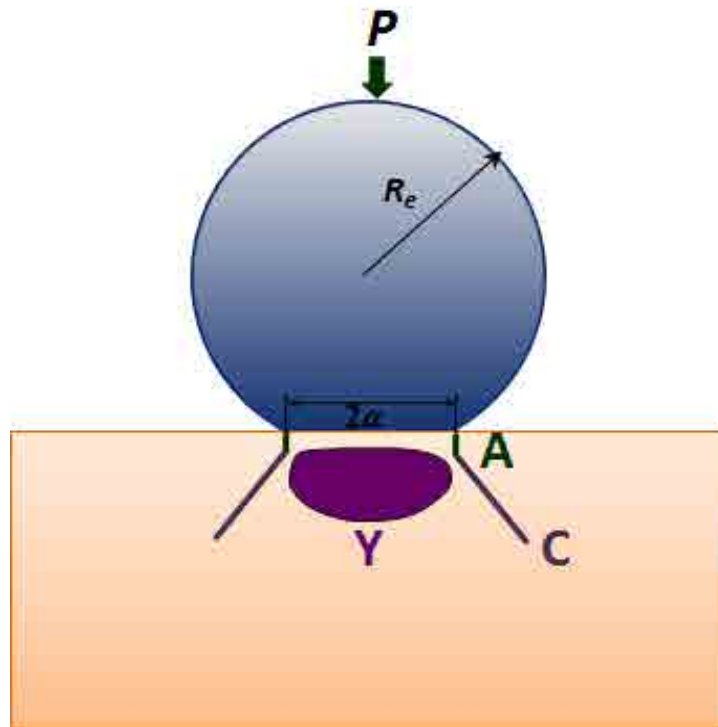


Figura 9. Daños posibles durante el contacto monotónico en un sólido monolítico. A, grieta anillo. C, grieta cono. Y, deformación plástica o cuasi-plástica.

La descripción de los daños mencionados, se señalan a continuación:

1.6.5. Fisura anillo y cónica

Los esfuerzos tensiles alrededor del área de contacto, inducen a la primera etapa de crecimiento de la fisura generando pequeños defectos superficiales (de forma semi-elíptica), conocida como grieta anillo [87]. Esta grieta por lo general tiene pocas micras de profundidad y un radio aproximado de 1.12 veces el radio de contacto [88]. Al

incrementar la carga, la grieta tiende a propagarse inestablemente en el interior del material generando una grieta con geometría de cono truncado.

Para predecir la carga crítica de formación de la fisura anillo, P_{rc} Warren, *et al* [88] utilizó la siguiente expresión:

$$P_{rc} = C_w \left[\frac{(K_{Ic}^0)^2}{E_{eff}} \right] R_e \quad (17)$$

Donde C_w es una constante adimensional dependiente de la relación de Poisson, $C_w = C_w(\nu)$ [89] que debe ser calculada numéricamente.

La fisura cono se origina a partir de la tensión radial máxima ($\sigma_{m\acute{a}x}$) que se genera en la superficie durante el contacto en el límite del círculo de contacto (ver Figura 7).

$$\sigma_{m\acute{a}x} = \frac{1}{2}(1 - 2\nu)P_o = \frac{1}{3}(1 - 2\nu)P_{m\acute{a}x} \quad (18)$$

Los defectos preexistentes en la superficie están sometidos a la tensión de tracción impuesta por el contacto. Alguno de éstos, favorablemente situado respecto a la tensión, inicia la propagación de la fisura en superficie formando un anillo en torno al contacto, el cual se propaga posteriormente hacia el interior del material a medida que se aumenta la presión de contacto para dar paso a la formación de una fisura tipo cono. La disminución de σ_1 con la profundidad produce la detención de la grieta, generando una fractura estable [86,89].

Con el aumento de la carga, el círculo de contacto termina cerrando la fisura anillo original y generando anillos secundarios. En la descarga, las fisuras se cierran conservando irregularidades en torno a las caras del contacto, por lo que son fácilmente visibles al microscopio.

El mecanismo de iniciación de la grieta cono se remonta a 1891, cuando Auerbach estableció la ley empírica de relaciona la carga crítica para el inicio de la fisura cono, P_c , con el radio de la esfera, R_e . Posteriormente, Tillett validó los límites de esta ley con la reproducción de una gráfica, P_c/R_e vs R_e (Figura 10), en dónde se distingue una región

Auerbach $P_c/Re = \text{constante}$ para radios Re pequeños y una segunda región en que la curva se desvía asintóticamente para $P_c/Re^2 = \text{constante}$ para radios más altos.

Con estos resultados quedó establecida una paradoja. Asumiendo que la fisura cono inicia cuando la tensión de tracción máxima iguala la resistencia a fractura del material, $\sigma_{m\acute{a}x} = \sigma_0$, combinando las ecuaciones (12) y (18) para obtener $P_c \propto Re^2$, independiente de Re . Aunque, según los resultados de la Figura 10, esta ecuación cuadrática sólo se cumple para $Re \rightarrow \infty$ [66].

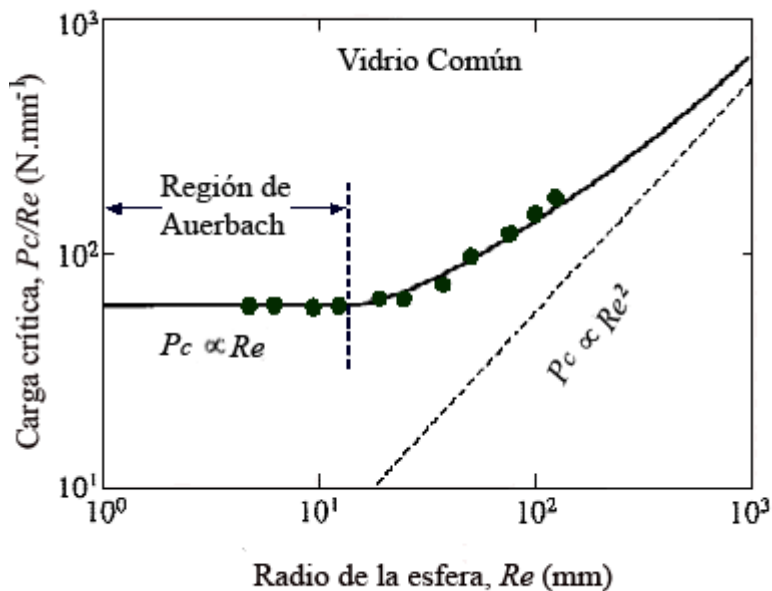


Figura 10. Curva P_c/Re vs Re para un vidrio sódico-cálcico indentado con esferas de acero. La línea discontinua hace referencia a la predicción para un defecto bajo una tensión uniforme, σ_m . Imágenes reproducidas con permiso de [66] John Wiley and Sons.

Frank y Lawn [85], derivaron la ley de Auerbach mediante la introducción de la mecánica de fractura de Griffith-Irwin.

Las grietas cono tienden a formarse en materiales muy frágiles con un valor de tenacidad simple ($K_{IC}^A = K_{IC}^I$), en los que la propagación de cualquier grieta de longitud

c , en equilibrio se determina por la condición $K(c) = K_{Ic}^I$: si $\frac{dK(c)}{dc} < 0$ entonces el equilibrio es estable, y si $\frac{dK(c)}{dc} > 0$ el equilibrio es inestable.

Frank y Lawn se apoyaron en criterios energéticos para explicar la mecánica de fractura de grietas cono, que se forma a partir de defectos pre-existentes en la superficie por fuera del círculo de contacto, donde los esfuerzos de tensión se concentran. Esta fisura inicia formando un anillo superficial que luego se propaga hacia el interior del material siguiendo cercanamente la trayectoria σ_3 .

El factor de intensidad de tensiones para la grieta cono se expresa en términos de $\alpha_1 (s)$ donde s es una coordenada a lo largo de la trayectoria de σ_3 , expresado como:

$$K (c/a) = P_o a^{1/2} f(c/a, \beta^*, \nu) \quad (19)$$

Donde $\beta^* = R_o/a$, (R_o , radio de la grieta anillo superficial) es la ubicación relativa de la grieta y $f(c/a, \beta^*, \nu)$ es la integral adimensional resultante a partir de la función de Green para fisuras lineales con distribución de tensiones.

La Figura 11 muestra la función normalizada $K (c/a)/K_{Ic}$ para una secuencia de cargas en incremento ($P' \rightarrow P'' \rightarrow P'''$) en función de la longitud normalizada c/a . Los tramos 1 y 3 son inestables y los tramos 2 y 4 son estables. En teoría la muestra contiene defectos superficiales en el rango $c_0 \leq c_f \leq c_*$, y las condiciones de equilibrio prevalecen. Por tanto, la fisura crece de manera estable por el trayecto donde $K/K_{Ic}=1$, hasta conseguir una profundidad crítica $c = c_*$ donde se alcanza la grieta cono completa, continuando hasta detenerse en el tramo 4. Finalmente, la condición crítica para la iniciación del cono está dada por la siguiente ecuación, la cual es una verificación formal de la ley de Auerbach:

$$P_c/R_e = \frac{A^*(K_{Ic}^0)^2}{E} = cte \quad (20)$$

Donde $A^* = 4\pi^2 k/3f_*^2 (c_*/a)$ es una constante adimensional y P_c es la carga crítica para la formación de la grieta cono.

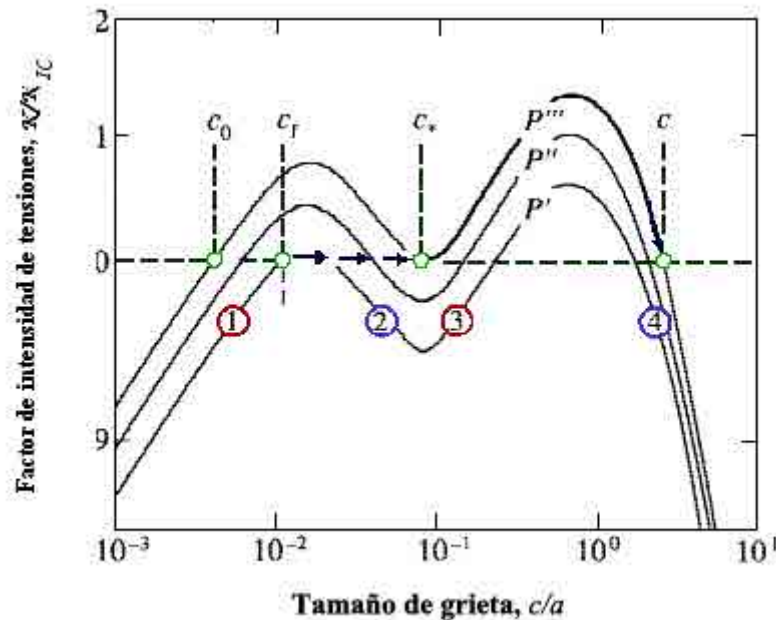


Figura 11. Curvas del factor de intensidad de tensiones para la fractura cónica normalizado ($\beta=1$ y $\nu=0.3$). Las flechas indican la evolución para la formación de la fisura cono. Imágenes reproducidas con permiso de [66] John Wiley and Sons.

1.6.6. Fisura dúctil y cuasi-dúctil

La deformación subsuperficial permanente se traduce en materiales dúctiles como los metales en deformación plástica, mientras que en algunos cerámicos es debida al fenómeno de cuasiplasticidad [90].

Los metales, por su elevada tenacidad durante el contacto sufren una deformación plástica debajo de la zona de contacto, generada por las tensiones de cizalladura, específicamente la tensión máxima τ_{13} la cual se sitúa a una distancia de la superficie de $0.5a$ (Figura 7c).

La tensión de cizalladura, τ_{13} , alcanza su valor máximo en el eje de carga a una profundidad de $\approx 0.5a$, esto es, $\tau_{m\acute{a}x} \approx 0.47P_0$, por lo que la deformación plástica se

inicia cuando $\tau_{m\acute{a}x}$ alcanza un cierto valor crítico. Ahora, según los criterios de Tresca [82,91], la plasticidad en la mayoría de los materiales se consigue cuando el valor de τ_{13} alcanza el valor límite $\tau_{13} = 0.5\sigma_y$ (donde, σ_y es el límite elástico), momento en el que el material fluye plásticamente creando una deformación permanente mediante la transición de la elasticidad a la elasto-plasticidad. Bajo estos criterios, la presión media crítica P_Y , para iniciar la plasticidad, estaría dada por $P_Y \approx 1.1\sigma_y$.

En los materiales cerámicos donde la microestructura no es homogénea y las fronteras de grano son débiles o tienen una alta tenacidad de fractura, no se forma una grieta como sino que se genera una zona cuasi-plástica o cuasi-dúctil. Las microfisuras generadas en las intercaras débiles son la fuente propulsora de esta deformación [92].

Estas microfisuras se distribuyen en forma confinada a lo largo de la estructura de granos, relajando los incrementos posteriores de la tensión y conduciendo a una reducción de la resistencia del material. Pero también a una tenacidad de fractura mayor característica en materiales con comportamiento cuasi-dúctil. Cuando se presenta una acumulación puntual de fisuras pueden llegar a coalescer, formando macrofisuras que crecen en dirección radial produciendo el daño definitivo del material [32].

1.7. Daños por contacto Hertziano en recubrimientos

En esta sección se explica brevemente los mecanismos de daño más estudiados en los sistemas monocapa. El temario del sistema monocapa facilita el análisis de los resultados obtenidos en este trabajo.

Los estudios sobre contacto en recubrimientos se han basado prioritariamente en sistemas de recubrimientos duros y frágiles con sustratos blandos y tenaces. Lawn y colaboradores han realizado extensos estudios en este campo utilizando sobretodo materiales modelo transparentes (ej: recubrimiento de vidrio sobre un sustrato de policarbonato) con el que se simulan estructuras para prótesis dentales [1,2,32,77,93]. La razón para ello ha sido la dificultad visualizar in situ la trayectoria del daño durante la carga y la descarga en un material opaco y poroso como los que comúnmente se usan

en la práctica dental. Las técnicas de emisión acústica puede ser usada en algunos cerámicos para detectar el agrietamiento, pero no sería fácil detectar cual grieta se forma primero o bien la evolución de las mismas [32].

Bajo este sistema se ha conseguido caracterizar la secuencia de daños debido al contacto Hertziano, las cargas críticas que lo producen e inclusive se ha propuesto expresiones para la predicción de daños que han sido validadas en diferentes materiales.

En la Figura 12, se señalan los daños que se pueden presentar en los recubrimientos monocapa bajo cargas de contacto monotónico. Para esto se ha asumido que $\alpha \leq d$ (d , espesor del recubrimiento) y que la unión sustrato-recubrimiento es perfecta, de lo contrario, los daños pueden variar notablemente:

❖ **Modos Frágiles:**

- *Fisuras cónicas (C)*: sus características son similares a las mencionadas anteriormente en los monolíticos.
- *Fisuras radiales (R)*: se originan en la superficie opuesta al contacto del recubrimiento.
- *Fisuras cónicas remotas (Ci)*: es un daño superficial que se inicia en zonas alejadas del contacto.

❖ **Modos dúctiles:**

- *Deformación plástica o cuasi-plástica (Y)*: se presenta en el recubrimiento bajo el área de contacto, igual que en los monolíticos.
- *Deformación del sustrato o del recubrimiento cerca de la interfase*: también, se produce en el recubrimiento y el sustrato cerca de la intercara.

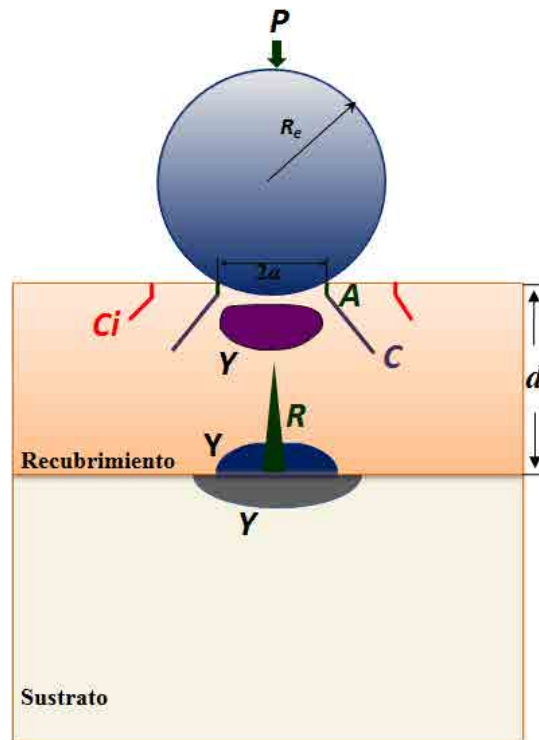


Figura 12. Posibles daños durante el contacto monotónico en un recubrimiento monocapa: fisuras anillo (A), cónicas (C), radiales (R) y cónicas remotas (Ci) y regiones de deformación plástica (Y).

La descripción con más detalle de estos modos de daño se pueden apreciar en los siguientes apartados:

1.7.1. Modos Frágiles

El espesor y las características superficiales del recubrimiento determinan sustancialmente el modo de fractura que se genera.

➤ *Fisuras cónicas*

Al igual que en los materiales monolíticos, los esfuerzos de tensión radial alrededor del área de contacto inducen a la generación de la fisura superficial tipo anillo, la cual al aumentar la carga se propaga al interior del material generando la grieta cono. La profundidad final del cono puede ser ligeramente diferente respecto a los monolíticos.

➤ *Fisuras radiales*

Este tipo de daño se ha observado generalmente en sistemas de recubrimientos frágiles sobre sustratos no rígidos. Se originan por la tensión de flexión inducida sobre la superficie inferior del recubrimiento a razón de la deformación del sustrato cuando el sistema está bajo la acción de una carga aplicada. Se propagan de manera vertical y en dirección radial, alcanzando generalmente la cara superior del recubrimiento [32,36,93,94].

Estas grietas también son muy comunes en estructuras totalmente cerámicas (Por ejemplo, en coronas dentales), ya que pueden ocurrir a cargas relativamente bajas y alcanzar largas distancias laterales [32].

La tensión σ_2 normal a la superficie de la fisura, es la responsable de la iniciación y propagación de la grieta radial. La reducción del espesor del recubrimiento o la deformación plástica del sustrato aumentan las tensiones, promoviendo más rápidamente la formación de la grieta [93].

➤ *Fisuras cónicas remotas*

Estas fisuras ocurren en casos donde las cargas aplicadas son altas, por lo que a su aparición ya previamente se han presentado otros daños significativos para el fallo del material, tal como las grietas radiales.

La morfología y desarrollo de estas grietas es semejante a las cónicas, pero a diferencia de éstas se inician lejos del contacto [93].

1.7.2. Modos dúctiles

De la relación radio de contacto y espesor del recubrimiento a/d , depende que el daño tipo dúctil se presente inicialmente en el recubrimiento o en el sustrato. Por tanto, si por las características del sustrato o del recubrimiento se presenta una deformación irreversible, los daños tipo frágil ya no son factibles como primer daño [95].

El daño por deformación irreversible en regiones cercanas al área de contacto, también puede llegar a formarse en algunos sistemas monocapa donde los recubrimientos tienden a ser gruesos, tal como se ha observado en los monolíticos.

Cuando los recubrimientos son dúctiles tiende a presentarse deformación plástica o cuasi-plástica sobre éste. El daño se inicia en la superficie inferior del recubrimiento y crece vertical y radialmente [74].

Cuando el recubrimiento no protege eficazmente al sustrato de las tensiones de contacto, el primer daño recae sobre el sustrato, generándose también una deformación plástica o cuasi-plástica [92,94,96].

1.8. Fatiga por contacto

Dentro de la degradación mecánica que puede sufrir el material se puede distinguir entre fatiga estática (producida a carga constante) o fatiga cíclica.

La fatiga estática o corrosión bajo tensión se refiere usualmente a la propagación de una grieta a partir de pequeños defectos preexistentes bajo cargas sostenidas en presencia de un entorno de fragilización química, usualmente agua [94,97,98].

La fatiga cíclica hace referencia al agrietamiento o fractura causada por cargas cíclicas o variables en el tiempo [97,99,100].

La fatiga está condicionada por factores como el tamaño y forma de grano, la composición, historia del material (fabricación y tratamiento térmico) y el ambiente (medio acuoso, humedad, pH, sustancias biológicas) entre otros.

El estudio de la fatiga y la corrosión bajo tensión por contacto Hertziano es muy atractivo, ya que permite utilizar volúmenes pequeños de material y simular condiciones reales de carga mediante la aplicación de cargas cíclicas y estáticas por determinados periodos de tiempo [99].

En los materiales frágiles la fatiga se atribuye a un proceso químico, independiente del tiempo, mientras que en los materiales cuasi-plásticos actúa un componente mecánico que depende más del número de ciclos que del tiempo [66,99].

En principio, la aparición de la grieta anillo superficial puede ser monitoreada como una función del número de ciclos o del tiempo bajo contacto. Por tanto, es posible relacionar el número de ciclos con la fractura a una determinada carga aplicada en función del exponente de París, ya sea por considerar que las grietas anillo coalescen desde diferentes microgrietas [101] o que crecen alrededor del perímetro con un pequeño aumento de profundidad [102]. Sin embargo, por la poca profundidad de esta grieta, su impacto frente a la degradación del material es bajo.

La propagación de la grieta cono bajo cargas cíclicas [103] y estáticas [104] aunque también pueden emplearse para estimar los parámetros de la fatiga pueden presentar mayores dificultades. Dado que su profundidad es mayor, se dificulta obtener datos más precisos, más aún si el material es opaco. Kocer [104] desarrolló una metodología que consiste en alterar ligeramente la trayectoria de la grieta para vincular el crecimiento de esta con respecto a la carga y el tiempo. Aunque la propagación de la grieta es difícil de observar, la resistencia a la degradación se puede obtener sólo con la fractura de la muestra, la cual proporciona información del comportamiento del material en servicio.

En los materiales frágiles es posible que bajo cargas cíclicas se produzca una grieta cono interior justo debajo de la zona de contacto bajo carga mínima. Este tipo de daño se obtiene exclusivamente en los ensayos de fatiga por contacto en presencia de un fluido.

Esta grieta está provocada por el fenómeno de bombeo hidráulico (*hydraulic pumping*) del fluido al interior del material y tiene un ángulo más agudo que la grieta cono exterior, por lo tanto puede causar significativos efectos en la resistencia [105,106].

Los materiales cuasi-plásticos no son sensibles a la corrosión por tensión dado que las microfisuras no están en la superficie en contacto directo con la humedad. Sin embargo, en presencia de cargas cíclicas, las microfisuras tienden a crecer debido a las fuerzas de fricción por el deslizamiento, lo cual degrada la cohesión interna de la grieta.

Igualmente, al crecer pueden juntarse con el tiempo, dando lugar a la progresiva degradación del material [100].

1.9. Diferencia elástica entre el material y el indentador

La diferencia elástica entre el indentador y el material juega un papel importante frente al contacto Hertziano, para garantizar que el indentador durante todo el ensayo se mantenga elástico y no se fracture o deforme.

Si los dos cuerpos son muy diferentes elásticamente, se genera una fricción interfacial, que induce un cambio en la curvatura relativa de los cuerpos en contacto, influyendo en la magnitud y distribución del campo de esfuerzos [107,108]. La fricción en la intercara de contacto actúa radialmente hacia fuera sobre la superficie más flexible y radialmente hacia el interior sobre la superficie menos flexible [108].

Los esfuerzos tensiles radiales por fuera de círculo de contacto disminuyen en el sólido más deformable e incrementan en el más rígido. [109].

Cuando el indentador es menos flexible que la muestra, el esfuerzo tensil máximo en la muestra se reduce formando un radio mayor que el círculo de contacto (se crea una tensión radial de compresión adicional sobre la superficie de la muestra) [108]. Cuando

el indentador es más flexible, el esfuerzo tensil máximo se incrementa y se mantiene en el borde del círculo de contacto [109].

Por lo tanto cuando se indentan dos materiales diferentes se debe tener en cuenta factores como: el campo de esfuerzos (por el cual la carga crítica para la fractura se ve alterada) y el desplazamiento relativo entre el material y el indentador y el papel relevante de la fricción [108,110].

1.10. Referencias

- [1] Lawn BR, Deng Y, Thompson VP. Use of contact testing in the characterization and design of all-ceramic crownlike layer structures: A review. *The Journal of Prosthetic Dentistry* 2001;86(5):495–510.
- [2] Lawn B, Bhowmick S, Bush MB, Qasim T, Rekow ED, Zhang Y. Failure modes in ceramic-based layer structures: a basis for materials design of dental crowns. *Journal of the American Ceramic Society* 2007;90(6):1671–83.
- [3] Zhou ZR, Zheng J. Tribology of dental materials: a review. *Journal of Physics D: Applied Physics* 2008;41(11):1–22.
- [4] Kelly JR. Ceramics in restorative and prosthetic dentistry. *Annual Review of Materials Research* 1997;27:443–68.
- [5] Kelly R, Nishimura I, Campbell SD. Ceramics in dentistry: Historical roots and current perspectives. *The Journal of Prosthetic Dentistry* 1996;75(1):18–32.
- [6] Arango S, Peláez A, Saldarriaga J, Monteiro FJ, Restrepo LF. Ceramics for dental restorations - an introduction. *Dyna, Universidad Nacional de Colombia* 2010;77(163):26–36.
- [7] Bottino MA, Salazar-Marochó SM, Leite FPP, Vásquez VC, Valandro LF. Flexural strength of glass-infiltrated zirconia/alumina-based ceramics and feldspathic veneering porcelains. *Journal of Prosthodontics* 2009;18:417–20.
- [8] Fradeani M, Aquilano A, Bassein L. Longitudinal study of pressed glass-ceramic inlays for four and a half years. *The Journal of Prosthetic Dentistry* 1997;78(4):346–53.

- [9] Apel E, Deubener J, Bernard A, Höland M, Müller R, Kappert H, Rheinberger, V, Höland, W. Phenomena and mechanisms of crack propagation in glass-ceramics. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 2008;1:313–25.
- [10] McLean JW. Evolution of dental ceramics in the twentieth century. *The Journal of Prosthetic Dentistry* 2001;85(1):61–6.
- [11] Macchi RL. *Materiales dentales*. Editorial Panamericana, Buenos Aires, Argentina, 2000.
- [12] Anusavice KJ. Degradability of dental ceramics. *Advances in Dental Research* 1992;6:82–9.
- [13] Jablonski, S. *Jablonski's dictionary of dentistry*. Editorial Krieger, Michigan, USA, 1982.
- [14] Yu HY, Cai ZB, Ren PD, Zhu MH, Zhou ZR. Friction and wear behavior of dental feldspathic porcelain. *Wear* 2006;261:611–21.
- [15] Yoshimura HN, Cesar PF, Soki FN, Gonzaga CC. Stress intensity factor threshold in dental porcelains. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine* 2008;19:1945–51.
- [16] Romeo M. Estudio comparativo de ajustes en prótesis fija cerámica entre sistemas CAD-CAM inyectado. Tesis Doctoral, Universidad Complutense de Madrid; 2010.
- [17] Peumans M, Van Meerbeek B, Lambrechts P, Vanherle G. Porcelain veneers: a review of the literature. *Journal of Dentistry* 2000;28:163–77.
- [18] Martínez F, Pradíes G, Suárez MJ, Rivera B. Cerámicas dentales: clasificación y criterios de selección. *RCOE, Ilustre Consejo General de Colegios de Odontólogos y Estomatólogos de España* 2007;12(4):253–263.

- [19] Ban S. Reliability and properties of core materials for all-ceramic dental restorations. *Japanese Dental Science Review* 2008;44:3–21.
- [20] Della Bona A, Donassollo TA, Demarco FF, Barrett AA, Mecholsky JJ. Characterization and surface treatment effects on topography of a glass-infiltrated alumina/zirconia-reinforced ceramic. *Dental Materials* 2007;23:769–75.
- [21] Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain M V. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part I. Pressable and alumina glass-infiltrated ceramics. *Dental Materials* 2004;20:441–8.
- [22] Casucci A, Mazzitelli C, Monticelli F, Toledano M, Osorio R, Osorio E, Papacchini F, Ferrari M. Morphological analysis of three zirconium oxide ceramics: Effect of surface treatments. *Dental Materials* 2010;26:751–60.
- [23] Gonzaga CC, Cesar PF, Miranda WG, Yoshimura HN. Determination of the slow crack growth susceptibility coefficient of dental ceramics using different methods. *Journal of Biomedical Materials Research Part B, Applied Biomaterials* 2011;99B(2):247–57.
- [24] Lorenzoni FC, Martins LM, Silva NRF a, Coelho PG, Guess PC, Bonfante EA, Thompson VP, Bonfante G. Fatigue life and failure modes of crowns systems with a modified framework design. *Journal of Dentistry* 2010;38:626–34.
- [25] Swain M V. Unstable cracking (chipping) of veneering porcelain on all-ceramic dental crowns and fixed partial dentures. *Acta Biomaterialia* 2009;5:1668–77.
- [26] Grellner F, Hoscheler P, Greil P, Sindel J, Petschelt A. Residual stress measurements of computer aided design/computer aided manufacturing (CAD/CAM) machined dental ceramics. *Journal of Materials Science* 1997;32:6235–42.
- [27] Denry IL. Recent advances in ceramics for dentistry. *Critical Reviews in Oral Biology & Medicine* 1996;7(2):134–43.

- [28] Tholey MJ, Swain M V, Thiel N. SEM observations of porcelain Y-TZP interface. *Dental Materials* 2009;25:857–62.
- [29] Rueda AO, Seuba J, Anglada M, Jiménez-Piqué E. Tomography of indentation cracks in feldspathic dental porcelain on zirconia. *Dental Materials* 2013;29:348–56.
- [30] Deubener J, Höland M, Höland W, Janakiraman N, Rheinberger VM. Crack tip fracture toughness of base glasses for dental restoration glass-ceramics using crack opening displacements. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 2011;4:1291–8.
- [31] Guess PC, Kulis A, Witkowski S, Wolkewitz M, Zhang Y, Strub JR. Shear bond strengths between different zirconia cores and veneering ceramics and their susceptibility to thermocycling. *Dental Materials* 2008;24:1556–67.
- [32] Deng Y, Lawn BR, Lloyd IK. Characterization of damage modes in dental ceramic bilayer structures. *Journal of Biomedical Materials Research (Applied Biomaterials)* 2002;63:137–45.
- [33] Benetti P, Della Bona A, Kelly JR. Evaluation of thermal compatibility between core and veneer dental ceramics using shear bond strength test and contact angle measurement. *Dental Materials* 2010;26:743–50.
- [34] Poujade J-M, Zerbib C, Serre D. *Céramiques dentaires*. EMC-Dentisterie 2004;1:101–17.
- [35] Carty WM, Senapati U. Porcelain-raw materials, processing, phase evolution, and mechanical behavior. *Journal of the American Ceramic Society* 1998;81:3–20.
- [36] Jung YG, Wuttiphan S, Peterson IM, Lawn BR. Damage modes in dental layer structures. *Journal of Dental Research* 1999;78(4):887–97.

- [37] Cesar PF, Soki FN, Yoshimura HN, Gonzaga CC, Styopkin V. Influence of leucite content on slow crack growth of dental porcelains. *Dental Materials* 2008;24:1114–22.
- [38] Ong JL, Farley DW, Norling BK. Quantification of leucite concentration using X-ray diffraction. *Dental Materials* 2000;16:20–5.
- [39] McLaren EA, Giordano II RA. Zirconia-based ceramics: material properties, esthetics, and layering techniques of a new veneering porcelain, VM9. *Quintessence of Dental Technology* 2005;28:99–111.
- [40] Kim J-W, Kim J-H, Janal MN, Zhang Y. Damage maps of veneered zirconia under simulated mastication. *Journal of Dental Research* 2008;87(12):1127–32.
- [41] Sailer I, Fehér A, Filser F, Gauckler LJ, Lüthy H, Hämmerle CH. Five-year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures. *The International Journal of Prosthodontics* 2007;20(4):383–8.
- [42] Vult Von Steyern P, Carlson P, Nilner K. All-ceramic fixed partial dentures designed according to the DC-Zirkon technique. A 2-year clinical study. *Journal of Oral Rehabilitation* 2005;32:180–7.
- [43] Peterson I, Pajares A, Lawn B, Thompson V, Rekow E. Mechanical characterization of dental ceramics by Hertzian contacts. *Journal of Dental Research* 1998;77(4):589–602.
- [44] Komine F, Blatz MB, Matsumura H. Current status of zirconia-based fixed restorations. *Journal of Oral Science J Oral Sci* 2010;52(4):531–9.
- [45] Coelho PG, Silva NR, Bonfante EA, Guess PC, Rekow ED, Thompson VP. Fatigue testing of two porcelain-zirconia all-ceramic crown systems. *Dental Materials* 2009;25:1122–7.

- [46] Kelly JR. Clinically relevant approach to failure testing of all-ceramic restorations. *The Journal of Prosthetic Dentistry* 1999;8(6):652–61.
- [47] Rekow ED, Harsono M, Janal M, Thompson VP, Zhang G. Factorial analysis of variables influencing stress in all-ceramic crowns. *Dental Materials* 2006;22:125–32.
- [48] Della Bona A, Kelly JR. The clinical success of all-ceramic restorations. *The Journal of the American Dental Association* 2008;139:8–13.
- [49] Guess PC, Att W, Strub JR. Zirconia in fixed implant prosthodontics. *Clinical Implant Dentistry and Related Research* 2012;14(5):633–45.
- [50] Kang M, Liao X, Yin G, Sun X, Yin X, Xie L, Liu J. Synthesis and properties of dental zirconia – leucite composites. *Bulletin of Materials Science* 2010;33(6):713–7.
- [51] Frith V, Heckrodt RO, Schuller K-H. The mechanical properties of zircon-feldspar porcelains. *cfi/Ber DKG, German Ceramic Society Report* 1987;64(10):379–83.
- [52] Morena R, Lockwood PE, Evans AL, Fairhurst CW. Toughening of dental porcelain by tetragonal ZrO₂ additions. *Journal of American Ceramic Society* 1986;69(4):75–77.
- [53] Kon M, Ishikawa K, Kuwayama N. Effects of Zirconia Addition on Fracture Toughness and Bending Strength of Dental Porcelains. *Dental Materials Journal* 1990;9(2):181–92.
- [54] Tokunaga R, Takahashi H, Iwasaki N, Kobayashi M, Tonami K, Kurosaki N. Effect of polymorphism of SiO₂ addition on mechanical properties of feldspathic porcelains. *Dental Materials Journal* 2008;27(3):347–55.

- [55] Shukla S, Seal S. Mechanisms of room temperature metastable tetragonal phase stabilisation in zirconia. *International Materials Reviews* 2005;50(1):45–64.
- [56] Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials* 1999;20:1–25.
- [57] Kelly JR, Denry I. Stabilized zirconia as a structural ceramic: An overview. *Dental Materials* 2008;24:289–98.
- [58] Manicone PF, Rossi Iommetti P, Raffaelli L. An overview of zirconia ceramics: Basic properties and clinical applications. *Journal of Dentistry* 2007;35:819–26.
- [59] Chevalier J, Gremillard L, Virkar AV, Clarke DR. The tetragonal-monoclinic transformation in zirconia: lessons learned and future trends. *Journal of the American Ceramic Society* 2009;92(9):1901–20.
- [60] Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dental Materials* 2008;24:299–307.
- [61] Garvie RC, Hannink RH, Swain MV. Ceramic steel? *Nature* 1975;258:703–4.
- [62] Muñoz Tabares JA. Cambios microestructurales en 3Y-TZP desbastada y su influencia en la degradación hidrotérmica. Tesis doctoral, Universitat Politècnica de Catalunya; 2010.
- [63] Chevalier J. What future for zirconia as a biomaterial?. *Biomaterials* 2006;27:535–43.
- [64] Swab JJ. Low temperature degradation of Y-TZP materials. *Journal of American Science* 1991;26:6706–14.
- [65] Sakaguchi RL, Powers JM. *Craig's restorative dental materials*. (Elsevier Mosby: Philadelphia, USA, 2012).

- [66] Lawn BR. Indentation of ceramics with spheres: a century after Hertz. *Journal of the American Ceramic Society* 1998;81(8):1977–94.
- [67] Kim J-W, Kim J-H, Thompson VP, Zhang Y. Sliding contact fatigue damage in layered ceramic structures. *Journal of Dental Research* 2007;86(11):1046–50.
- [68] Zhang Y, Kim J-W, Bhowmick S, Thompson VP, Rekow ED. Competition of fracture mechanisms in monolithic dental ceramics: flat model systems. *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials* 2009;88B:402–11.
- [69] Craig RG, Powers JM. *Restorative dental materials*. (Mosby: Missouri, USA, 2002).
- [70] Okeson JP. *Tratamiento de oclusión y afecciones temporomandibulares*, (Elsevier Mosby: Madrid, España, 2003).
- [71] Gogotsi G, Mudrik S, Galenko V. Evaluation of fracture resistance of ceramics: Edge fracture tests. *Ceramics International* 2007;33:315–20.
- [72] Rizkalla AS, Jones DW. Indentation fracture toughness and dynamic elastic moduli for commercial feldspathic dental porcelain materials. *Dental Materials* 2004;20:198–206.
- [73] Hickel R. Trends in materials science from the point of view of a practicing dentist. *Journal of the European Ceramic Society* 2009;29:1283–9.
- [74] Miranda P. *Diseño de materiales multicapa resistentes al daño por contacto*. Tesis doctoral, Universidad de Extremadura; 2003.
- [75] Lawn BR. Ceramic-based layer structures for biomechanical applications. *Current Opinion in Solid State and Materials Science* 2002;6:229–35.

- [76] Lawn BR, Pajares A, Zhang Y, Deng Y, Polack MA, Lloyd IK, Rekow ED, Thompson VP. Materials design in the performance of all-ceramic crowns. *Biomaterials* 2004;25:2885–92.
- [77] Qasim T, Bush MB, Hu X-Z. The influence of complex surface geometry on contact damage in curved brittle coatings. *International Journal of Mechanical Sciences* 2006;48:244–8.
- [78] Pavón-Palacio J, Jiménez-Piqué E, Anglada M, Saiz E, Tomsia AP. Monotonic and cyclic contact of bioactive bilayer coating on Ti6Al4V alloy implants. *Anales de Mecánica de la Fractura* 2006;2:587–92.
- [79] Lawn BR, Miranda P, Chai H, Kim DK. Overview: Damage in brittle layer structures from concentrated loads. *Journal of Materials Research* 2002;17(12):3019–36.
- [80] Kocer C, Collins RE. Angle of Hertzian cone cracks. *Journal of the American Ceramic Society* 1998;81(7):1736–42.
- [81] Wang Y, Darvell BW. Effect of elastic modulus mismatch on failure behaviour of glass ionomer cement under Hertzian indentation. *Dental Materials* 2012;28:279–86.
- [82] Johnson KL. *Contact mechanics*. Cambridge University, UK, 1985.
- [83] Lawn B, Wilshaw TR. Review indentation fracture: principles and applications. *Journal of Materials Science* 1975;10:1049–81.
- [84] Jiménez-Piqué E, Gaillard Y, Anglada M. Instrumented indentation of layered ceramic materials. *Key Engineering Materials* 2007;333:107–16.
- [85] Frank FC, Lawn BR. On the theory of hertzian fracture. *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 1967;A299(1458):291–306.

- [86] Lawn BR. Fracture of brittle solids. Cambridge University, UK, 1993.
- [87] Warren PD, Hills DA, Dai DN. Mechanics of Hertzian cracking. *Tribology International* 1995;28(6):357–62.
- [88] Warren PD, Hills DA, Roberts SG. Surface flaw distributions in brittle materials and Hertzian fracture. *Journal of Materials Research* 1994;9(12):3194–202.
- [89] Warren PD. Determining the fracture toughness of brittle materials by Hertzian indentation. *Journal of the European Ceramic Society* 1995;15:201–7.
- [90] Lawn. BR, Padture NP, Cai H, Guiberteau F. Making ceramics “ductile”. *Science* 1994;263:1114–6.
- [91] Fischer-Cripps AC. *Introduction to Contact Mechanics*. Editorial Springer, New York, USA, 2007.
- [92] Fischer-Cripps AC, Lawn. BR. Stress analysis of contact deformation in quasi-plastic ceramics. *Journal of the American Ceramic Society* 1996;79(10):2609–18.
- [93] Chai H, Lawn BR, Wuttiphan S. Fracture modes in brittle coatings with large interlayer modulus mismatch. *Journal of Materials Research* 1999;14(9):3805–17.
- [94] Zhao H, Hu X, Bush MB, Lawn BR. Cracking of porcelain coatings bonded to metal substrates of different modulus and hardness. *Journal of Materials Research* 2001;16(5):1471–8.
- [95] Pavón-Palacio J. Fractura y fatiga por contacto de recubrimientos de vidrio sobre Ti6Al4V para aplicaciones biomédicas. Tesis doctoral, Universitat Politècnica de Catalunya; 2006.

- [96] Wuttiphan S, Pajares A, Lawn BR, Berndt CC. Effect of substrate and bond coat on contact damage in zirconia-based plasma-sprayed coatings. *Thin Solid Films* 1997;293:251–60.
- [97] White SN, Li ZC, Yu Z, Kipnis V. Relationship between static chemical and cyclic mechanical fatigue in a feldspathic porcelain. *Dental Materials* 1997;13:103–10.
- [98] Morena R, Beaudreau GM, Lockwood PE, Evans AL, Fairhurst CW. Fatigue of dental ceramics in a simulated oral environment. *Journal of Dental Research* 1986;65(7):993–7.
- [99] Kim DK, Jung Y-G, Peterson IM, Lawn BR. Cyclic fatigue of intrinsically brittle ceramics in contact with spheres. *Acta Metallurgica* 1999;47(18):4711–25.
- [100] Lee KS, Jung Y-G, Peterson IM, Lawn BR, Kim DK, Lee SK. Model for cyclic fatigue of quasi-plastic ceramics in contact with spheres. *Journal of the American Ceramic Society* 2000;83(9):2255–62.
- [101] Pavón J, Jiménez-Piqué E, Anglada M, Saiz E, Tomsia AP. Monotonic and cyclic Hertzian fracture of a glass coating on titanium-based implants. *Acta Materialia* 2006;54:3593–603.
- [102] Jiménez-Piqué E, Ceseracciu L, Chalvet F, Anglada M, De Portu G. Hertzian contact fatigue on alumina/alumina-zirconia laminated composites. *Journal of the European Ceramic Society* 2005;25:3393–401.
- [103] Guiberteau F, Pature NP, Lawn BR. Effect of grain size on Hertzian contact damage in alumina. *Journal American Ceramic Society* 1994;77(7):1825–31.
- [104] Kocer C. Using the Hertzian fracture system to measure crack growth data: A review. *International Journal of Fracture* 2003;121:111–32.

- [105] Chai H, Lawn BR. Hydraulically pumped cone fracture in bilayers with brittle coatings. *Scripta Materialia* 2006;55:343–6.
- [106] Chai H, Lawn BR. Hydraulically pumped cone fracture in brittle solids. *Acta Materialia* 2005;53:4237–44.
- [107] Warren PD, Hills DA. The influence of elastic mismatch between indenter and substrate on Hertzian fracture. *Journal of Materials Science* 1994;29:2860–6.
- [108] Paliwal B, Tandon R, Buchheit TE, Rodelas JM. An assessment of the effectiveness of the Hertzian indentation technique for determining the fracture toughness of brittle materials. *Journal of the American Ceramic Society* 2011;94(7):2153–61.
- [109] Johnson KL, Connor JJO, Woodward AC. The Effect of the indenter elasticity on the Hertzian fracture of brittle materials. *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 1973; 334:95–117.
- [110] Wereszczak AA, Daloz WL, Strong KT, Jadaan OM. Effect of indenter elastic modulus on Hertzian ring crack initiation in silicon carbide. *International Journal of Applied Ceramic Technology* 2011;8(4):885–94.

Capítulo 2



Objetivos y estructura de la tesis

El objetivo principal de esta tesis es evaluar el comportamiento mecánico de la porcelana feldespática sobre circona dental (3Y-TZP) bajo solicitaciones de contacto, con el fin de entender los fallos producidos en servicio. Posteriormente se pretende modificar la microestructura del esmalte mediante la adición de segundas fases para mejorar la resistencia al contacto

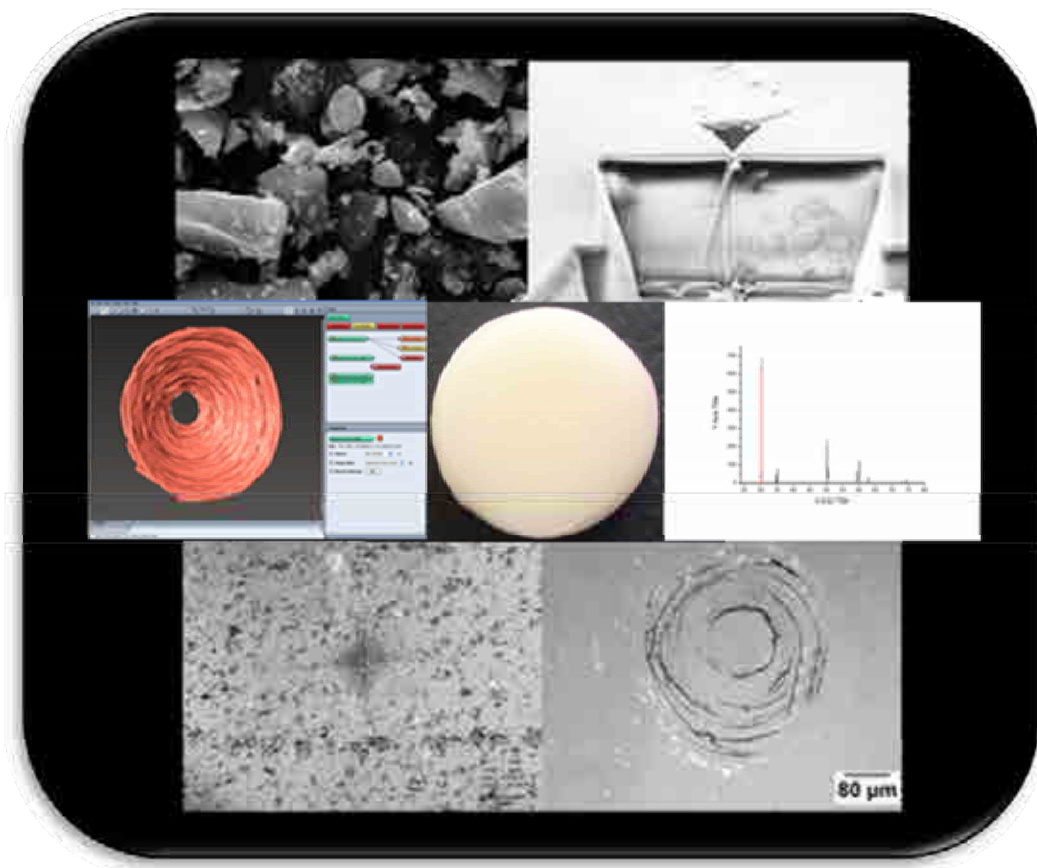
Para ello se establecen los siguientes objetivos parciales:

1. Realizar ensayos de contacto monotónico con esferas de diferentes radios y cargas aplicadas con el objetivo de observar los daños producidos, el orden de aparición de los mismos y las cargas críticas a la cual aparece cada daño.
2. Aplicar la técnica de tomografía para la reconstrucción de las grietas producidas bajo contacto monotónico, con el fin de determinar la geometría y dimensiones de estas grietas a diferentes escalas de daño. Adicionalmente, realizar una caracterización tomográfica a una huella de nanoindentación después de realizarle un corte secuencial de imágenes por FIB, para observar la trayectoria de la grieta y la influencia de las partículas de leucita sobre ésta.
3. Caracterizar la corrosión bajo tensión (SCC) de la porcelana feldespática una vez sometida a cargas estáticas de contacto Hertziano para determinar la posible influencia de ésta en la degradación del material.
4. Caracterizar la fatiga bajo cargas cíclicas de contacto para verificar al igual que con la corrosión bajo tensión su influencia en la degradación del material.
5. Realizar ensayos estáticos y cíclicos sobre la porcelana a diferentes condiciones ambientales (temperatura de laboratorio y saliva artificial). Para comparar la magnitud y características de daño según el medio de exposición. La saliva adicionalmente se emplea para simular condiciones reales de exposición y servicio de la pieza dental. Evaluar la vida media hasta aparición de daño por contacto bajo solicitaciones similares a las de la boca.

6. Evaluar la tenacidad de fractura y comportamiento frente al contacto de la porcelana VITA VM9 con adición de compuestos como segundas fases, con el fin de mejorar la resistencia al contacto.

Para ello, se estructura la tesis de la siguiente manera: En primer lugar se presentan las técnicas experimentales utilizadas (capítulo 3), así como los materiales utilizados (capítulo 4). A continuación se presentan los resultados obtenidos mediante indentación monotónica en porcelanas (capítulo 5). En este capítulo se determinarán los tipos de daño, las cargas para la aparición de daño y la morfología de las grietas obtenidas. En el capítulo 6, se presentan los resultados para fatiga cíclica y estática de estos materiales, estimándose el tiempo de aparición de daño por contacto en condiciones realistas. Finalmente, en el capítulo 7 se presentan los resultados de resistencia al contacto de porcelana con diversos porcentajes de partículas de circonita, como una propuesta para la mejora de las prótesis dentales en términos de integridad estructural.

Capítulo 3



Técnicas experimentales

En este capítulo se describen brevemente los materiales y las técnicas experimentales que se emplearon en el desarrollo de este trabajo. En primer lugar se describen las materias primas y los métodos de sinterización utilizados. A continuación se detallan las técnicas de microscopía y tomografía y finalmente los ensayos mecánicos realizados.

3.1. Preparación y caracterización de los materiales

Para estudiar las propiedades mecánicas de la porcelana dental feldespática se escogió la porcelana, VM9 - 2M2 Base Dentina, (VITA Zahnfabrik, Bad Sackingen, Germany). En la actualidad esta porcelana se aplica particularmente sobre recubrimientos de circona policristalina estabilizada con 3% molar de itria (3Y-TZP) para realizar restauraciones dentales. A continuación se describe el procedimiento llevado a cabo para obtener las muestras que luego fueron objeto de estudio mediante diferentes técnicas de caracterización.

3.1.1. Sustrato

Tanto los sustratos como los recubrimientos se fabricaron según el procedimiento habitual seguido por los protésicos dentales. Los sustratos se elaboraron a partir de polvo de circona tetragonal policristalina estabilizada con 3% molar de itria (3Y-TZP, Tosoh, Japan). Inicialmente el polvo se prensó isostáticamente a 200 MPa para obtener una barra de 10 mm de diámetro, la cual se presinterizó durante 1h a 1200 °C (horno Hobersal Mod ST-18) para facilitar el corte, desbaste y coloreado de las muestras. En la Figura 1 se muestra la curva de presinterización empleada en la circona. La rampa a 700°C se realizó con el fin de eliminar compuestos volátiles.

Esta circona, como se verá en el siguiente capítulo, reúne las características de una circona grado dental tanto de tipo microestructural como mecánico que le hace comparable con la circona VITA, comercializada para la técnica de CAD-CAM.

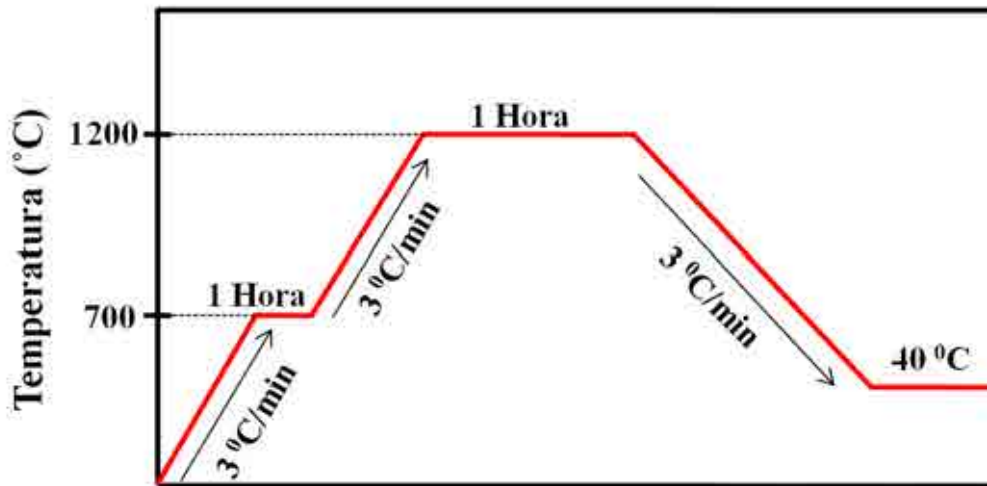


Figura 1. Curva de presinterización de la circona.

Después se cortó la barra en discos de 10mm de diámetro por 2mm de ancho, los cuales fueron desbastados con un disco MD-Piano 120 de Struers y sometidos a una cocción de limpieza de 5 min a 700 °C (horno VITA Vacumat 40T). En la Figura 2 se muestra la curva de cocción de limpieza aplicada a la circona para eliminar impurezas debido al desbaste.

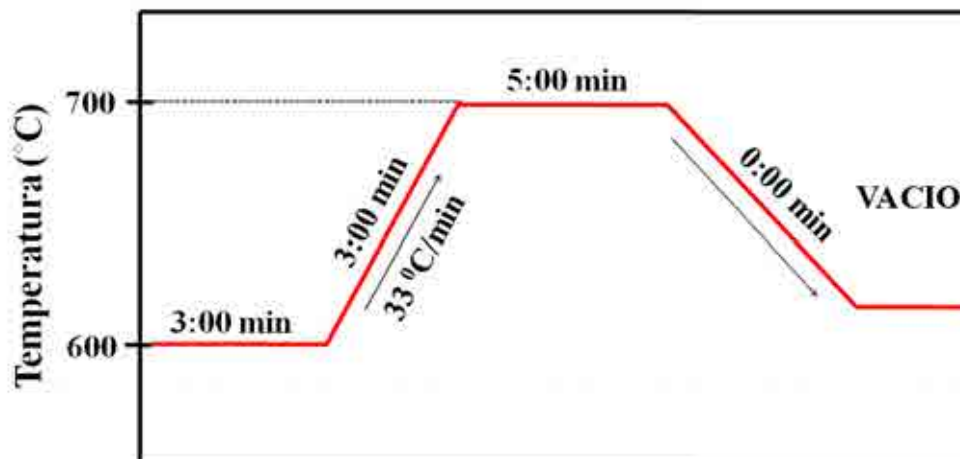


Figura 2. Curva de cocción de limpieza de la circona. En esta curva no se realiza vacío.

Posteriormente, se sumergieron durante 2 min en el colorante YZ Coloring Liquid LL1 (VITA Zahnfabrik, Germany), para conseguir una tonalidad similar a la de los dientes

naturales. Finalmente, y como se muestra en la Figura 3 se completó la sinterización durante 2h a 1450 °C (horno Hobersal Mod ST-18).

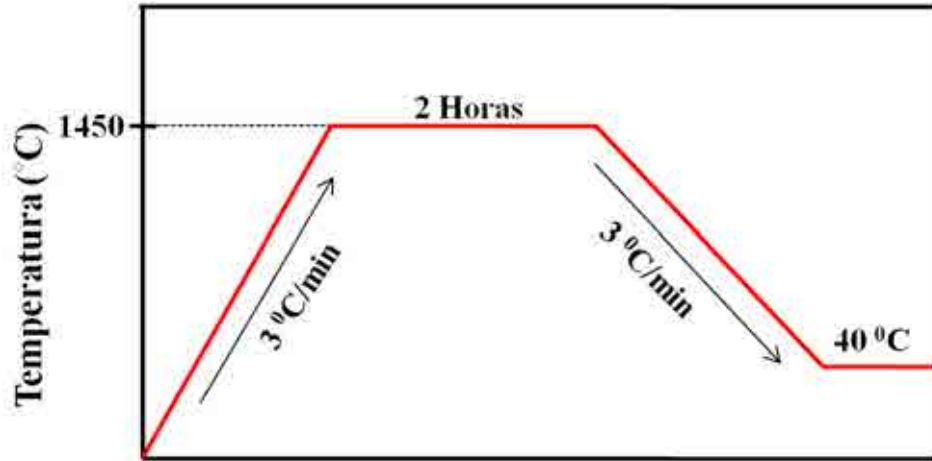


Figura 3. Curva de sinterización de la circona.

El material obtenido será referenciado en los siguientes capítulos como “material AS” (AS-Sintered), para distinguir que es un material elaborado directamente en el laboratorio.

3.1.2. Recubrimiento

Posteriormente, los discos de circona se recubrieron con la porcelana feldespática, (VM9 - 2M2 Base Dentina, VITA Zahnfabrik, Bad Sackingen, Germany) especialmente desarrollada para sustratos de circona dental. Estos recubrimientos fueron preparados de acuerdo con los estándares propuestos por VITA [1], el cual consiste en mezclar el polvo de VM9 con el diluyente (Modelling liquid, VITA Zahnfabrik, Bad Sackingen, Germany) y si se desea añadir gotas de agua destilada hasta obtener un mezcla homogénea y con la fluidez adecuada para su aplicación con pincel. Inicialmente se aplicó una fina capa de porcelana de aproximadamente 150 µm y se realizó una cocción de 1 min a 950 °C. En la Figura 4 se registra la curva para ésta cocción, denominada cocción *wash* según el manual de procesamiento de VITA.

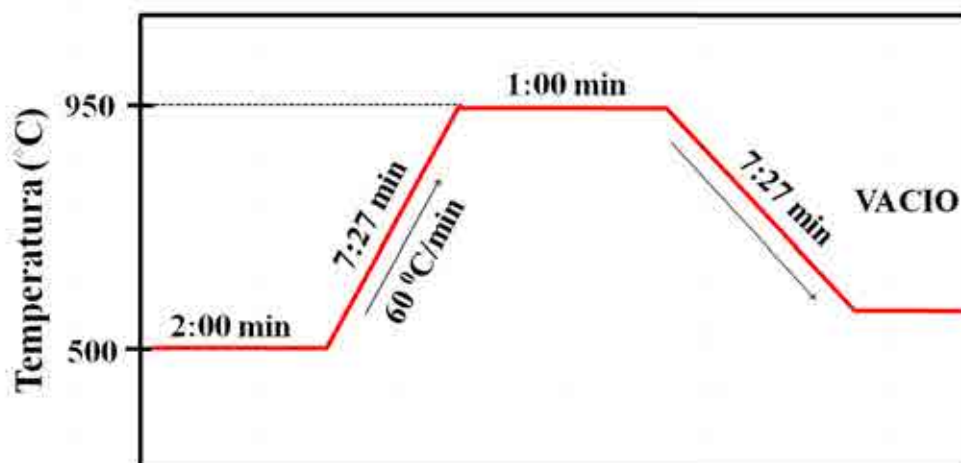


Figura 4. Primera cocción para la aplicación de la capa fina del recubrimiento feldespático. Cocción Wash.

Luego, se aplicó una capa más gruesa y se realizó la cocción de 1 min a 910°C, denominada cocción de *dentina* (Figura 5). Ambos tratamientos se llevaron a cabo en el horno VITA Vacumat 40T.

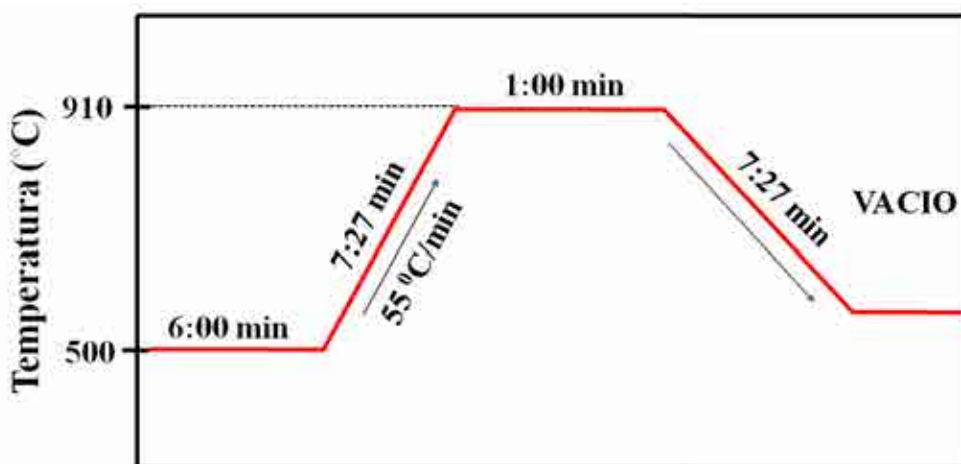


Figura 5. Segunda cocción para la aplicación de la capa gruesa del recubrimiento feldespático. Cocción de *dentina*.

Finalmente y para obtener un espesor de capa, d , aproximado a 500 μm y facilitar la observación microscópica, se realizó un pulido con suspensión de diamante de 30 μm , seguido de sílice coloidal y limpieza final con agua.

3.1.3. Segundas fases

Para mejorar las propiedades mecánicas de la porcelana se adicionaron segundas fases. Por tanto, se mezcló 0.1, 1, 4 y 8% de circona en polvo (3Y-TZP -Tosoh, Japan) y de sílice (SiO₂-ref.85356, Sigma-Aldrich, España) con la porcelana y se realizaron nuevas formulaciones mediante la disolución de éstos con etanol absoluto dentro de un molino de bolas (Pulverisette 6, FRITSH) donde se realizó la molienda con bolas de circona de 3 mm de diámetro alternando 30 min de rotación a 100 rev/min con 30 min de pausa, así sucesivamente hasta alcanzar 24 h. El polvo de circona antes de mezclarse con la porcelana se calcinó durante 1h a 750°C para descartar compuestos volátiles. Posteriormente, la suspensión obtenida se secó a 100°C por 1h.

Una vez obtenidas las nuevas porcelanas se procedió a la aplicación de estas siguiendo los mismos lineamientos mencionados en el literal 3.1.2. Finalmente se realizó la observación microestructural con el microscopio electrónico de barrido (SEM). La Figura 6 resume el procedimiento para la realización de las porcelanas con nuevas formulaciones.

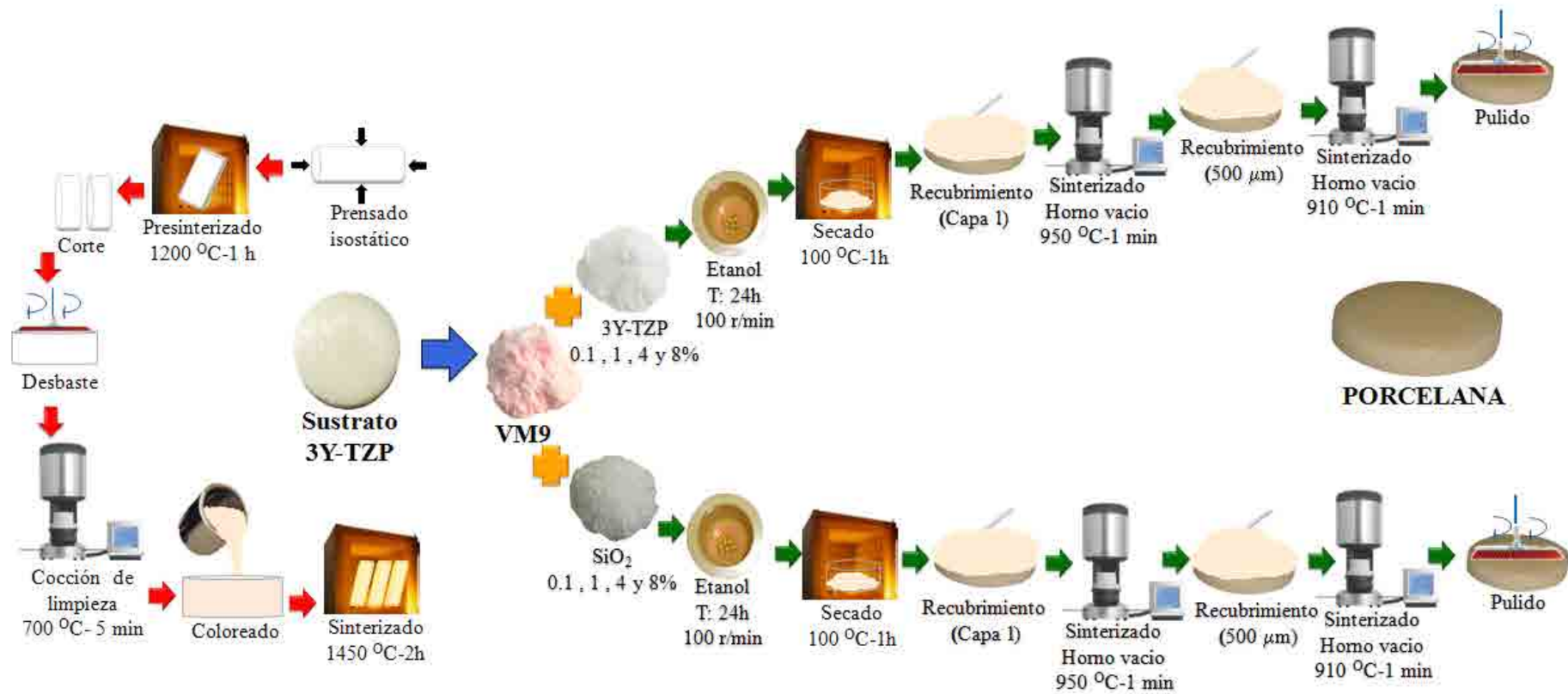


Figura 6. Esquema general del procedimiento para la obtención de las porcelanas con nuevas formulaciones.

3.2. Técnicas experimentales

En las técnicas que se relacionan a continuación se hace una breve descripción de la misma, del equipo empleado y las condiciones experimentales utilizadas.

3.2.1. Técnicas de microscopia

La microscopia jugó un papel bastante importante en las reconstrucciones tomográficas, en la identificación y caracterización de los daños por contacto y en la caracterización microestructural de las porcelanas con segundas fases.

➤ *Microscopía óptica y confocal*

Los equipos utilizados para estas caracterizaciones fueron el microscopio óptico y laser confocal Olympus BX41M and Olympus LEXT OLS 3100 respectivamente.

➤ *Microscopía electrónica de barrido (SEM)*

El microscopio de barrido utilizado, está integrado al microscopio de haz de iones focalizados Zeiss Neon40 (FIB/SEM) como se mencionó anteriormente. Dado que las muestras no eran conductoras, antes de hacer la observación, se recubrió la superficie de interés con una fina capa de oro mediante un equipo de deposición catódica al vacío (Sputtering Balzers SCD 004) para mejorar la conductividad.

➤ *Haz de iones focalizados (FIB)*

Con esta técnica como se mencionó anteriormente fue posible obtener las imágenes 2D de la grieta por nanoindentación que luego se reconstruyó tridimensionalmente. Para procedimientos como la tomografía, la asistencia por FIB proporciona mayor homogeneidad en las dimensiones de los cortes, de tal manera, que se puede tener una mayor certeza del espesor de cada uno de estos y por ende de la profundidad del daño.

En este estudio se utilizó un microscopio de haz de iones focalizados (Focused Ion Beam Zeiss Neon40-FIB) con doble columna iónica y electrónica para la observación. Se realizaron cortes en las muestras con amperaje iónico decreciente para eliminar el daño producido.

3.2.2. Reconstrucción en 3D: Tomografía

La tomografía permite extender las observaciones de 2D a reconstrucciones tridimensionales. Esto se consigue mediante la alineación secuencial de imágenes de dos dimensiones con determinados espesores y tratados por medio de software como por ejemplo IMOD, IDL o Avizo que permiten realizar la interpolación de las mismas [2,3].

En este estudio se empleó la reconstrucción tomográfica para caracterizar el daño inducido en la porcelana mediante el contacto esférico y la nanoindentación con el indentador punta cubo. Para el contacto esférico se tuvieron en cuenta dos cargas, 750N reportada en la literatura como de bruxismo [4] y 1500N considerada como una carga excesiva, la cual fue evaluada sin reconstrucción de la grieta para visualizar alguna afectación en la interfase porcelana-circona que ésta pudiese ocasionar. Estas cargas se aplicaron con un indentador esférico de radio R_e de 1,25mm. La grieta de nanoindentación se obtuvo con una carga de 8 g.

Una vez obtenida la grieta bajo contacto esférico se sometió a un pulido mecánico secuencial hasta alcanzar la interfase. Las imágenes del daño residual resultante (grietas anillo/cono) se tomaron con un microscopio óptico después de pulir con una suspensión de diamante de 30 μm a intervalos de tiempo de 10 min. El espesor del material eliminado después de cada paso de pulido se midió a través del cambio de área de una indentación Vickers (10 kg), realizada a un lado de la huella residual del contacto esférico, por lo que el cambio en la profundidad se calculó usando la geometría de la huella de indentación. Posteriormente se inicio la reconstrucción en 3D con el software comercial Avizo ® Fire 6.1 [5] en el cual se trabajó con un tamaño de vóxel de

aproximadamente $x=796$ pixeles, $y=596$ pixeles y $z=24$ pixeles y una separación de $1,7\ \mu\text{m}$.

Por otro lado, a la grieta resultante del indentador punta cubo se le realizó una serie de cortes transversales con un microscopio de haz de iones focalizados (FIB) con doble columna iónica y electrónica (microscopio electrónico de barrido de emisión de campo - SEM) con el que se obtuvieron las imágenes 2D que a continuación se reconstruyeron en 3D. Antes de realizar los cortes por FIB y tomar las imágenes por SEM la grieta se recubrió previamente con una capa de oro, para evitar descargas durante el proceso. Los cortes se realizaron a $200\ \text{pA}$ con corriente de $30\ \text{kV}$. El ángulo entre la columna FIB y SEM fue de 55° y la superficie de la muestra se orientó perpendicularmente al haz de iones durante el seccionado transversal. Finalmente, se obtuvieron porciones con un tamaño de vóxel de aproximadamente $x=20$, $y=30$ y $z=300\ \text{nm}$, las cuales al momento de reconstruirse se separaron entre sí $0,8\ \mu\text{m}$.

La reconstrucción permitió determinar los parámetros geométricos de la huella residual y observar si se presentó un posible daño en la interfase.

➤ ***Pasos para la reconstrucción tomográfica***

Una vez se obtuvo el conjunto de imágenes secuenciales de las grietas, se cargaron en el software y se alinearon con las medidas correspondientes. A continuación se realizó la segmentación de las grietas y la huella residual y se procedió a la reconstrucción de la superficie para determinar la profundidad del daño y su morfología, mediante la cuantificación y medición de los parámetros geométricos. En la Figura 7 se presenta un esquema general de los pasos a seguir para una reconstrucción tomográfica.

3.2.3. Técnicas espectrométricas

Con las técnicas espectrométricas se caracterizó la microestructura y composición de los materiales en estudio.

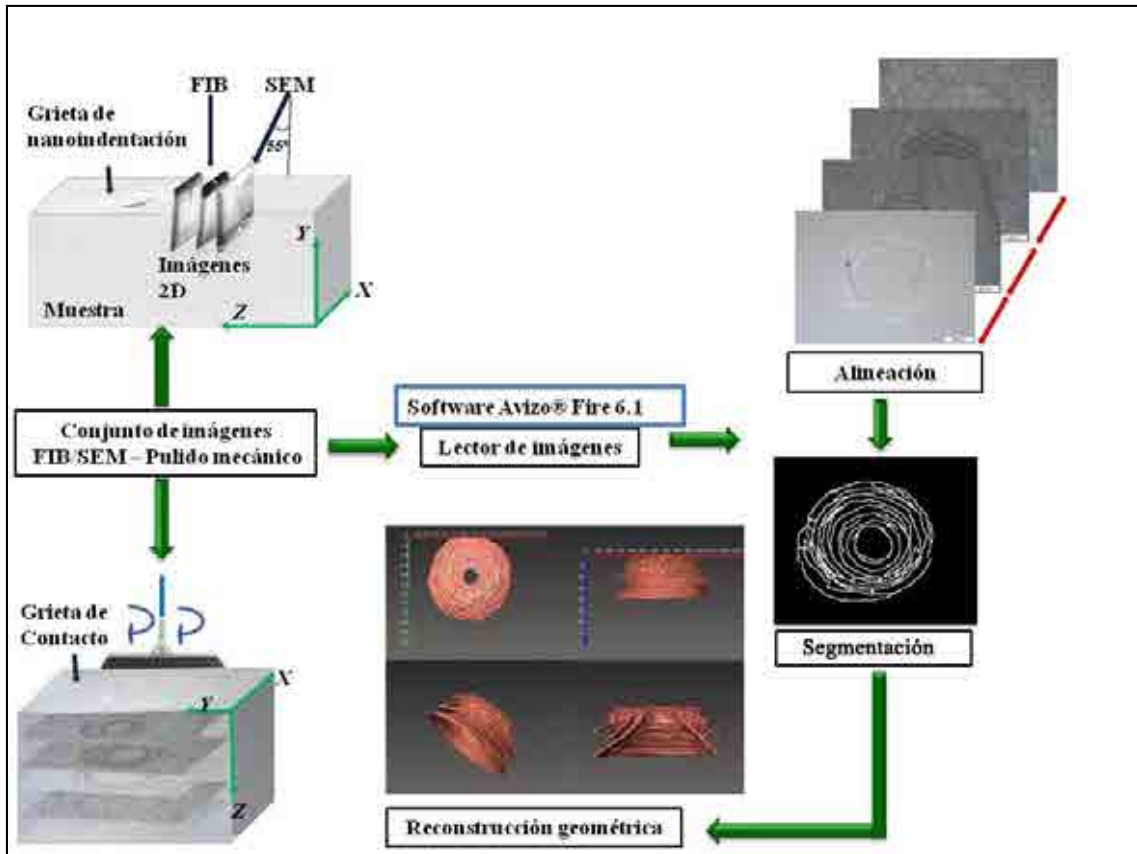


Figura 7. Pasos para la reconstrucción tomográfica en el software Avizo® Fire.

➤ *Difracción de rayos X*

La difracción de rayos X (XRD) se utilizó para la identificación y cuantificación de las fases presentes en los materiales de inicio, la circona particularmente, tanto a temperatura ambiente como después de someterse a un tratamiento hidrotérmico (envejecimiento acelerado). Así mismo, se evaluó la microestructura después de realizar una modificación de la composición inicial de la porcelana mediante la adición de segundas fases.

Los análisis se realizaron con el software PowderCell 2.3 [6] donde el espectro experimental se comparó con los patrones de las posibles fases presentes.

Para la cuantificación del contenido de fase monoclinica X_m se utilizó la ecuación propuesta por Toraya [7]:

$$X_m = \frac{1.311 * (I_m^{(\bar{1}11)} + I_m^{(111)})}{1.311 * (I_m^{(\bar{1}11)} + I_m^{(111)}) + I_t^{(111)}} \quad (1)$$

Donde I representa la intensidad integrada (área bajo los picos) los subíndices t y m representan la fase tetragonal y monoclinica respectivamente, y los superíndices corresponden a los índices de Miller hkl de los planos que difractan los rayos X.

Para la obtención de los espectros se utilizó un difractómetro Philips MRD, con una radiación de Cu K α (40kV, 30mA y $\lambda=0,154$ nm) y una intensidad medida en el rango de $24^\circ \leq 2\theta \leq 78^\circ$ con una velocidad de barrido de 10s/paso y un paso de $0,02^\circ$. De igual manera se realizaron mediciones con ángulo rasante (haz paralelo a la superficie con un ángulo de incidencia, $\omega = 1^\circ$) en casos donde se presentó demasiado ruido debido a la fase vítrea presente en la porcelana o bien donde se dificultaba observar la fase monoclinica debido a las bajas profundidades de penetración.

En casos particulares donde fue necesario evaluar la fase monoclinica en la circona después de ser recubierta y expuesta a envejecimiento acelerado, fue necesario antes retirar la capa de porcelana mediante pulido en seco con paños poliméricos.

➤ *Espectrometría Micro-Raman*

La configuración micro-Raman se basa en la combinación de un espectrómetro Raman con un microscopio óptico permitiendo el análisis de áreas muy pequeñas ($\sim 1 \mu\text{m}$) [8].

Para la caracterización de las muestras se recurrió a la técnica del mapeo Raman (mapping) el cual permite mediante la configuración de una matriz de puntos de interés, la exploración de una determinada región para obtener un conjunto de espectros conocidos como mapas o perfiles que muestran diferencias en la composición y concentración de las fases presentes.

Se utilizó un espectrómetro con triple monocromador T64000 (Horiba /Jobin-Yvon) acoplado a un detector CCD (refrigerado con nitrógeno líquido). Como fuente de

excitación se empleó un láser de iones Argón innova 300 con una longitud de onda de 350 nm. El tiempo de integración del espectro fue de 60s, registrando el espectro promedio de dos mediciones sucesivas. El láser fue enfocado en la muestras usando un microscopio óptico con un objetivo de 50x o 100x, obteniendo una resolución de aproximadamente 2 μm y 1 μm respectivamente.

Las mediciones se realizaron en la sección transversal de las muestras de circona recubierta con porcelana, las cuales fueron pulidas hasta alcanzar un acabado espejo después de haber sido sometidas al envejecimiento. Los intervalos espaciales entre los espectros realizados con mapeo fueron de 3 μm . Finalmente, el análisis de los espectros se realizó mediante el software Labspec y OriginPro6.1.

3.2.4. Medición de propiedades mecánicas

➤ *Contacto Hertziano*

Los ensayos por contacto Hertziano monotónico se realizaron con una máquina universal servo-hidráulica (Instron 8511) con una célula de carga de 1kN y esferas de cobalto - carburo de wolframio (WC-Co) con un radio de esfera (R_e) de 0.5, 1.25, 2.5 y 5mm. Las cargas se aplicaron mediante una onda trapezoidal con velocidades de carga y descarga iguales a 5Ns^{-1} y un tiempo de sostenimiento a carga máxima de 1s.

Para determinar los valores de carga crítica para los cuales se presentaba cada daño, la carga máxima se incrementó cada vez en 5N con respecto al ensayo anterior, empezando con 10N de carga máxima. Una vez observada la huella se continuó acotando a 1N hasta conseguir la carga crítica de daño. La zona indentada se observó con el microscopio óptico en el momento de retirar la carga y el daño producido se visualizó con el microscopio confocal. Las cargas críticas se definieron una vez se obtuvo cinco muestras con las mismas características de daño.

Para los ensayos estáticos para determinación de corrosión bajo tensión, se utilizó la misma máquina universal y celda de carga, igualmente se aplicó las cargas mediante una onda trapezoidal con velocidades de carga y descarga de 5Ns^{-1} . El tiempo de

sostenimiento a carga máxima fue variable ya que a partir de éste se determinó el tiempo crítico de daño, t_f .

Para estudiar el comportamiento bajo contacto estático se utilizó sólo un radio de esfera de 1.25mm y se trabajó en un ambiente de aire de laboratorio a una humedad relativa aproximadamente de $\sim 40\%$. Se tomó como criterio de daño la fisura anillo (grieta anillo completo, $P_{rc}=70\text{N}$), primer daño frágil, que se produce durante los ensayos monotónicos y la sensibilidad de este daño al contacto estático se ha evaluado aplicando valores de carga máxima P_{max} menores que P_{rc} .

La observación microscópica de la huella se realizó de igual manera que con los ensayos monotónicos. Si no se observaba la grieta anillo, se realizaba un nuevo ensayo en otro punto de la muestra durante más largo tiempo. Una vez se detectaba el daño, se realizaron otros ensayos con tiempos más cortos (menos del 5% respecto al anterior) con el fin de acotar el tiempo para la grieta anillo completo, t_{rc} . Este tiempo se definió una vez se obtuvo cinco muestras con las mismas características de daño.

Finalmente, se realizaron los ensayos cíclicos donde la grieta anillo se evaluó en ambientes de aire de laboratorio y en saliva artificial (Tabla 1) aplicando las mismas cargas, P_{max} , que se usaron en los ensayos estáticos. Sin embargo, para este caso la carga cíclica se aplicó por medio de una onda sinusoidal a una frecuencia, $f = 10\text{Hz}$ y un radio de carga ($R = P_{min}/P_{max}$) de 0,1. El número de ciclos para la grieta anillo (N_{rc}) se determinó mediante el mismo método de acotamiento antes mencionado y después de obtener también cinco muestras con las mismas características.

Tabla 1. *Composición de la saliva artificial.*

Aditivos	g
Cloruro de potasio, KCl	4.80
Cloruro de sodio, NaCl	3.36
Cloruro de magnesio, MgCl ₂ .6H ₂ O	0.20
Cloruro de calcio, CaCl ₂ .6H ₂ O	0.60
Acido carbónico, C ₆ H ₁₄ O ₆	120
Celulosa carboximetil de sodio, C ₆ H ₇ O ₂ . CH ₂ COONa	40.0
Fosfato de potasio, KH ₂ PO ₄	1.36
Agua destilada	3826
ácido fenoxiacético, C ₈ O ₃ H ₈	159

Las muestras por contacto cíclico en saliva artificial se sometieron a los ensayos por contacto después de dos meses de estar inmersos en el mismo medio a 37°C (en una incubadora Selecta Incubat 2000) con el fin de simular mejor las condiciones del diente humano y alcanzar equilibrio térmico. La solución de saliva artificial fue cambiada totalmente cada 5 días para descartar cualquier efecto de contaminación bacteriana. Durante los ensayos, el fluido se hacía recircular a través del recipiente de metacrilato en el cual estaba contenido el dispositivo mecánico (Figura 8). Esta recirculación se realizó con una bomba peristáltica a través de una manguera de silicona la cual, entre la bomba y el recipiente de metacrilato, se sumergió en un baño termostático con agua a una temperatura adecuada para mantener la saliva dentro del recipiente a 37°C.

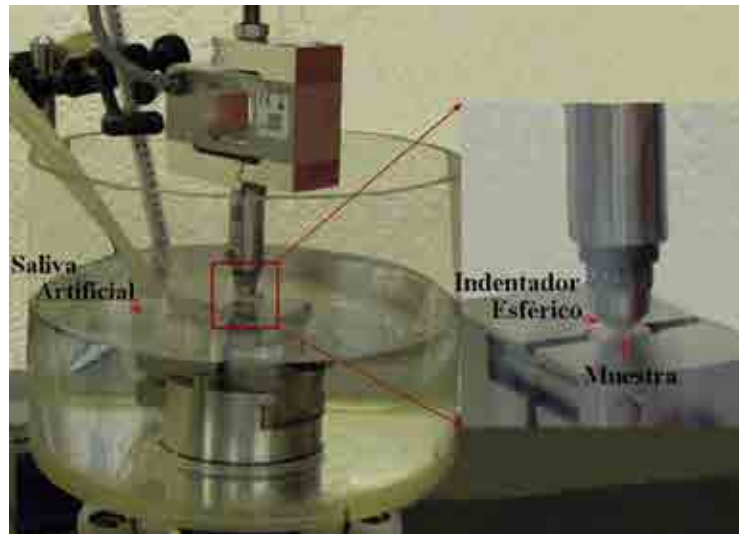


Figura 8. Puesta a punto del ensayo en saliva artificial.

➤ *Nanoindentación instrumentada*

Mediante indentación instrumentada utilizando un equipo MTS Nano Indenter XP se determinó el valor del módulo de Young (E) y la dureza (H) de la porcelana y la circona en estudio mediante el método de Oliver y Pharr [9], utilizando un indentador con punta Berkovich cuya función de área fue calibrada utilizando un vidrio de sílice. Para determinar el valor de tenacidad (K_{Ic}) de la porcelana se utilizó un indentador punta cubo que permite generar grietas en el vértice de la huella, los cálculos se realizaron mediante la expresión:

$$K_{Ic} = \chi \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} \left(\frac{P}{c^{3/2}} \right) \quad (2)$$

Donde χ es una constante geométrica igual a 0.040, c la longitud de las grietas radiales, y P es la carga de indentación [10].

➤ *Indentación Vickers*

Para determinar la tenacidad de fractura de la circona se realizó una indentación Vickers con una carga de 30 kg y se empleó la expresión para las grietas Pamqvist:

$$K_{Ic} = \beta \left(\frac{P \cdot H}{4c} \right)^{1/2}, \quad \beta = 0.025 \left(\frac{E}{H} \right)^{0.4} \quad (3)$$

Donde P es la carga de indentación, H es dureza Vickers y c la longitud de la grieta Palmqvist [11,12]. Esta técnica consiste básicamente en la medición de la longitud de las grietas que emanan de las cuatro esquinas de la indentación piramidal [13,14].

3.2.5. Otras técnicas experimentales

➤ *Densitometría*

La densidad de las muestras de circona (sustrato) se midió al inicio de éste estudio en una balanza analítica DualRange XS205 (Mettler-Toledo) con una precisión de 0.01 mg, mediante el método del pesado o empuje hidrostático (Principio de Arquímedes).

➤ *Tamaño de grano*

Para medir el tamaño de grano las muestras de circona se sometieron a un tratamiento térmico a 1350°C para revelar los granos (Figura 9), posteriormente se realizaron las imágenes con el microscopio electrónico de barrido y a continuación se aplicó el método de intersección lineal media siguiendo el protocolo de la Norma ASTM E-112.

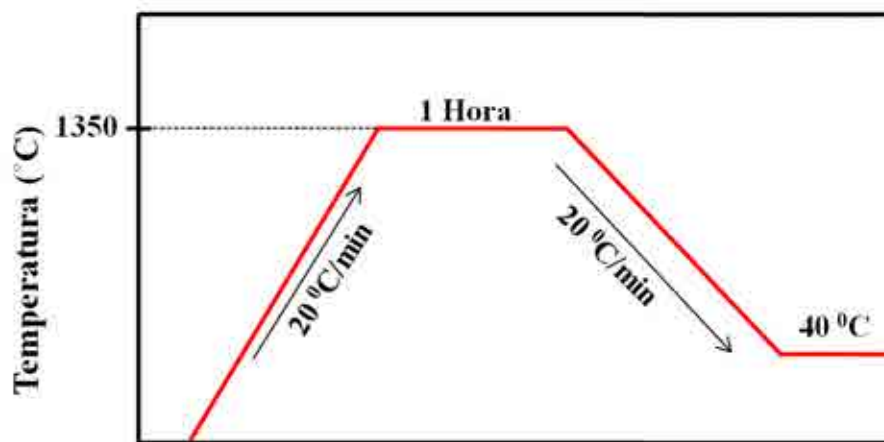


Figura 9. Tratamiento térmico para revelado de los granos de circona.

➤ *Tratamientos de degradación*

Para los tratamientos de degradación hidrotérmica, se colocaron las muestras en una autoclave para esterilización (microclave, Grupo Selecta) a 131°C y 0.2 MPa (2 bar) de presión, durante períodos de tiempos comprendidos entre 5 y 96 horas para las muestras de referencia y entre 5 y 30 horas para las muestras con variables de procesamiento. Antes de iniciar los ensayos esta autoclave se purgo completamente para garantizar una atmósfera 100% saturada de vapor de agua.

Este tratamiento se aplicó en las muestras de circona AS y circona VITA, en las que se consideraron variables como el tratamiento térmico de sinterización, la adición o no de colorante (YZ Coloring Liquid LL1) y el recubrimiento con porcelana feldespática. Las muestras AS se fabricaron en el laboratorio, mientras que la circona de VITA se adquirió ya presinterizada a una temperatura no conocida.

Para estudiar la influencia del proceso de elaboración frente a la degradación, se compararon las muestras de referencia de la circona AS y circona VITA, las cuales se clasificaron de la siguiente manera:

◆ **Muestras AS_{cerámica}:** circona AS (as sintered), sinterizada, cortada y desbastada. Se distinguen por el proceso de preparación, durante el cual no se presinterizaron previamente, sino que directamente se sinterizaron a 1450°C, posteriormente, se cortaron y desbastaron. A continuación, se realizó un tratamiento de recocido a 1200°C durante 2 horas para eliminar las posibles tensiones residuales o transformación de fase *t-m* producida durante la preparación de la superficie. Posteriormente, se realizó un pulido con sílice coloidal para eliminar el efecto de relieve de grano producido por el tratamiento térmico. Finalmente, se sometieron al proceso de envejecimiento. El subíndice (cerámica) significa que esta muestra no se presinteriza y no se colorea en ningún momento.

◆ **Muestras AS_{dental}:** circona AS, presinterizada, cortada, desbastada y sinterizada. Estas muestras se presinterizaron a 1200°C, luego se cortaron y desbastaron y posteriormente se sinterizaron a 1450°C. Finalmente, se sometieron al proceso de

envejecimiento. El subíndice (dental) significa que se presinterizó para adicionar el colorante y mecanizar fácilmente la pieza, tal como se hace en la industria dental.

◆ **Muestras VITA:** Circona industrial, marca VITA. Esta circona se compró ya presinterizada (a condiciones no conocidas), luego se cortó, desbastó y sinterizó a 1530°C, siguiendo las especificaciones técnicas del proveedor.

Una vez realizadas las caracterizaciones anteriores, se introdujeron variables como el color y el esmalte y se realizó el envejecimiento acelerado para valorar la influencia de éstas.

➤ *Medición del color*

Para medir el color en las nuevas formulaciones después de adicionar segundas fases, se utilizaron las metodologías descritas a continuación.

Para desarrollar prótesis cuyos colores se adaptan a cada persona, VITA Zahnfabrik ha desarrollado un sistema de clasificación de colores que consiste en la comparación de un modelo estándar con un diente real. Existen varias clasificaciones, entre ellas, VITA *Classical* (Figura 10) que propone clasificar los colores oscuros a los más blancos en diferentes tonos.

Este método es utilizado por los protésicos dentales para definir cuál es el color que coincide más con los dientes del paciente, aunque es un método aproximado, es muy rápido y práctico.



Figura 10. Sistema de clasificación VITA Classical 1-D4 para comparar los colores de las prótesis respecto a los dientes reales [1].

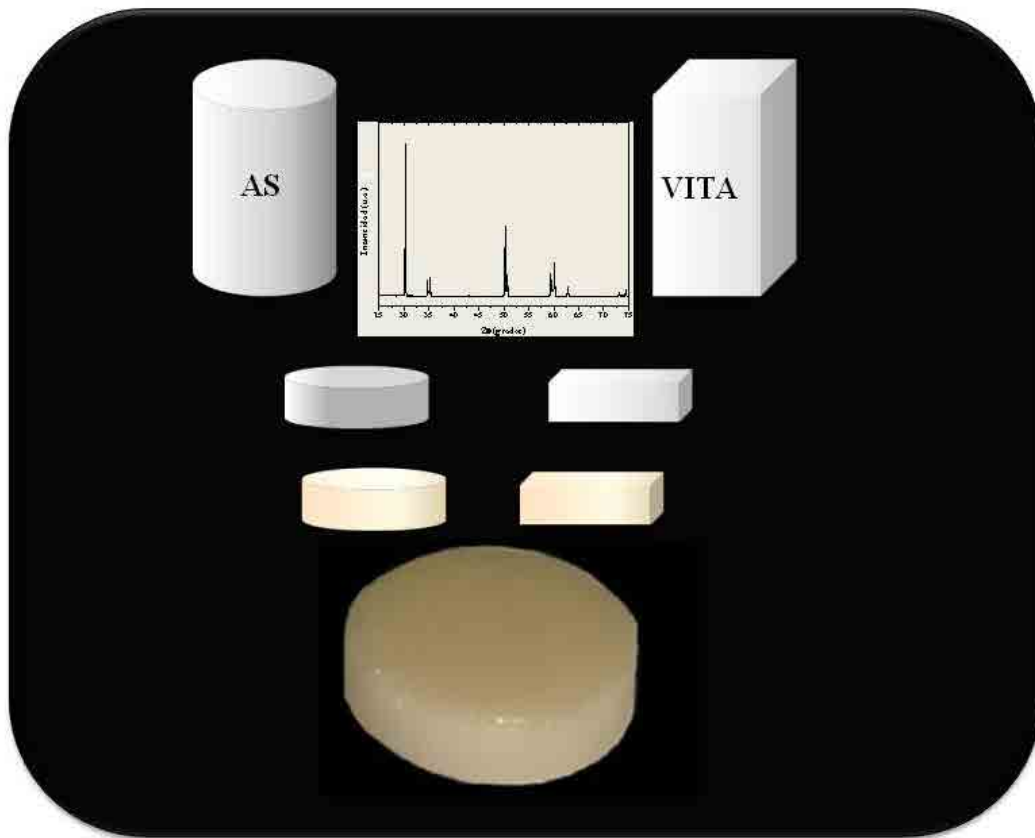
Otro método también aproximado, consiste en medir el color mediante un programa de tratamiento de imagen, basado en la definición del color de cada imagen. Cada color puede ser definido como una combinación de tres colores primarios: Rojo (R), Verde (V) y Azul (A). Informáticamente una imagen está compuesta de píxeles los cuales están codificados como una intensidad de cada color en un rango de 0 a 255, por lo que se puede hacer un promedio para tener una idea de los colores predominantes. Esto constituye una cuantificación de los colores que están presentes, pudiéndose además utilizar para comparar diversas muestras.

3.3. Referencias

- [1] Ramos V, Sieber C. Veneering material VITA-VM9, for total veneering of zirconium dioxide structures and for customizing milled feldspar crowns.(VITA Zahnfabrik H. Rauter GmbH & Co.KG: Bad Sackingen, Alemania, 2007)
- [2] Uchic MD, Holzer L, Inkson BJ, Principe EL, Munroe P. Three-dimensional microstructural characterization using focused ion beam tomography. *MRS Bulletin* 2007;32:408–16.
- [3] Thornton K, Poulsen HF. Three-dimensional materials science: an intersection of three-dimensional reconstructions and simulations. *MRS Bulletin* 2008;33:587–95.
- [4] Kelly JR. Clinically relevant approach to failure testing of all-ceramic restorations. *The Journal of Prosthetic Dentistry* 1999;8(6):652–61.
- [5] Visualization Sciences Group. User's Guide ASE, Avizo ® 7 Software 2011:1–764.
- [6] Nolze G, Kraus W. PowderCell 2.0 for windows. *Powder Diffraction* 1998;13:256–9.
- [7] Toraya H, Yoshimura M, Somiya S. Calibration curve for quantitative analysis of the monoclinic-tetragonal ZrO₂ system by X-ray diffraction. *Communications of the American Ceramic Society* 1984:119–184.
- [8] Wulfman C, Sadoun M, Lamy de la Chapelle M. Interest of Raman spectroscopy for the study of dental material: The zirconia material example. *IRBM* 2010;31:257–62.
- [9] Oliver WC, Pharr GM. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of Materials Research* 2004;19(1):3–20.
- [10] Pharr GM. Measurement of mechanical properties by ultra-low load indentation. *Materials Science and Engineering* 1998;A253:151 – 159.

- [11] Niihara K. A fracture mechanics analysis of indentation-induced Palmqvist crack in ceramics. *Journal of Materials Science Letters* 1983;2:221-223.
- [12] Hirvonen a, Nowak R, Yamamoto Y, Sekino T, Niihara K. Fabrication, structure, mechanical and thermal properties of zirconia-based ceramic nanocomposites. *Journal of the European Ceramic Society* 2006;26:1497–505.
- [13] Kruzic JJ, Kim DK, Koester KJ, Ritchie RO. Indentation techniques for evaluating the fracture toughness of biomaterials and hard tissues. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 2009;2:384–95.
- [14] Quinn GD, Bradt RC. On the Vickers indentation fracture toughness test. *Journal of the American Ceramic Society* 2007;90(3):673–80.

Capítulo 4



Materiales obtenidos

En este capítulo se describen los materiales obtenidos, sus características y propiedades iniciales, es decir, antes de ser sometidos a los ensayos de contacto.

En primer lugar se realizó una comparación microestructural entre la circona 3Y-TZP elaborada en el laboratorio ($AS_{\text{cerámica}}$ y AS_{dental}) y la circona VITA empleada para diseños CAD-CAM, considerando como variable la temperatura de sinterización.

Posteriormente, ambos materiales se sometieron a ensayos de degradación acelerada en la que se involucraron variables como el pulido, el esmaltado y la coloración de la circona.

4.1. Caracterización microestructural y mecánica de la circona

Las características microestructurales las circonas AS y VITA se muestran en la Figura 1. La imagen SEM para la circona AS muestra una distribución relativamente homogénea de granos equiaxiales con un tamaño de grano medio de $0.34 \pm 0.02 \mu\text{m}$ de diámetro. Las características microestructurales encontradas en la circona $AS_{\text{cerámica}}$ y AS_{dental} son iguales, es por esto que en ésta figura no se hace ninguna distinción entre ambas.

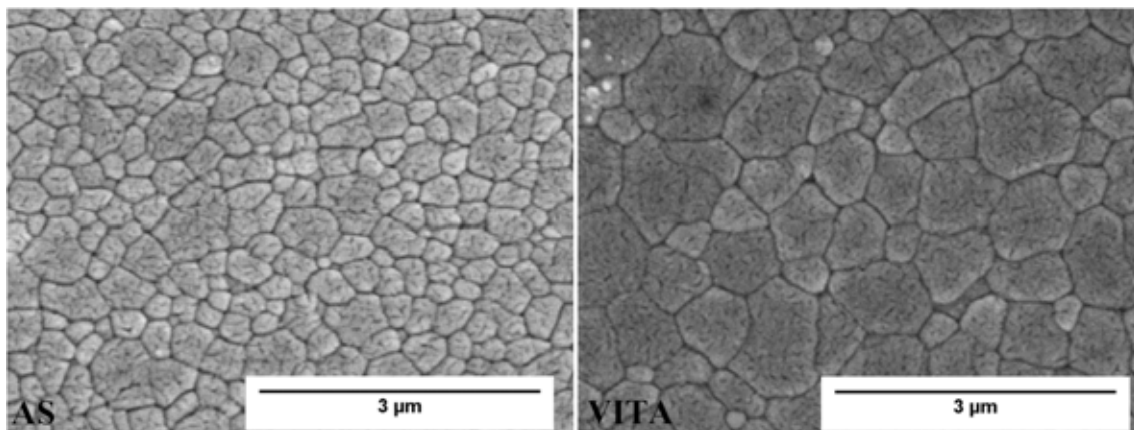


Figura 1. Microestructura de las circonas AS y VITA donde se puede observar la distribución y el tamaño de los granos.

La densidad obtenida bajo el método de Arquímedes, fue de $6.03 \pm 0.01 \text{ g/cm}^3$, correspondiente al 99,9% de la densidad teórica, lo que le hace un material completamente denso.

Estas características concuerdan con la Norma ASTM F-1873 [1], donde se señala los requisitos para aplicaciones biomédicas de la circona 3Y-TZP.

En el caso de la circona VITA, el tamaño de grano inicial fue de $0.52 \pm 0.01 \mu\text{m}$ de diámetro, un tamaño ligeramente mayor respecto a la circona AS.

El espectro de difracción de rayos X de la Figura 2, permitió identificar las fases presentes en las muestras de circona AS.

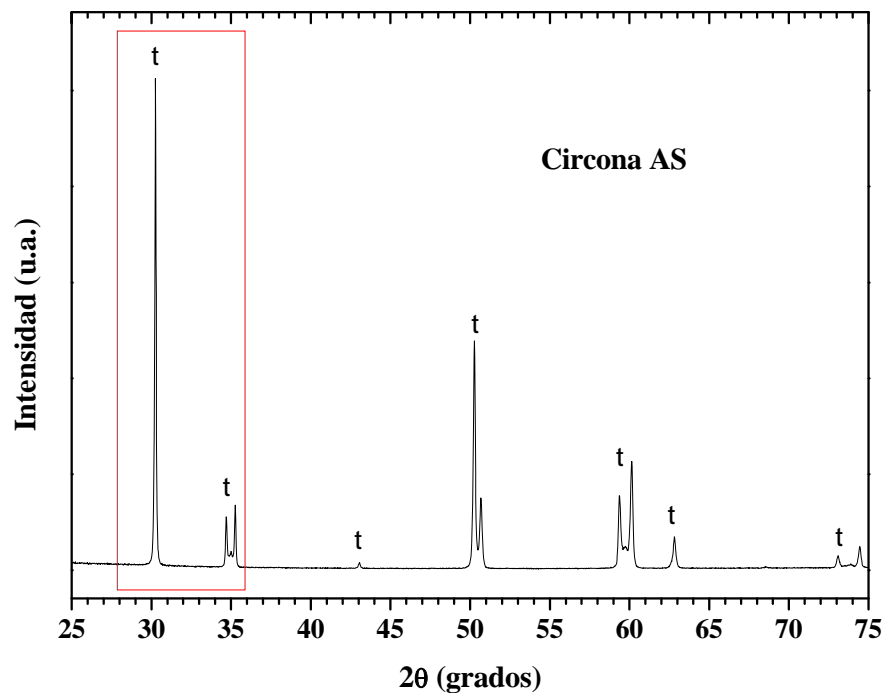


Figura 2. Espectro XRD de la circona AS. El recuadro resalta la zona donde se encuentran los picos más intensos de las fases tetragonal y monoclinica. *t*, fase tetragonal.

En la zona comprendida entre 28° y 36° se encuentran los picos más intensos de las fases tetragonal y monoclinica, usados para su identificación y cuantificación. En dicha

zona, se observa la presencia de los picos característicos de la fase tetragonal, el más intenso a 30.2° y el doblete a 34.64° y 35.22° y no se identifica ningún pico monoclinico (28.16° , 31.4° y 34.14°). Por la dificultad en identificar la fase cúbica ya que sus picos se solapan con los de la fase tetragonal debido a la similitud de sus distancias interplanares, esta fase no fue indexada en este espectro. Sin embargo Muñoz [2] reporta un contenido de hasta el 19% de fase cúbica en esta circona AS.

La difracción de rayos X para la circona VITA igualmente mostró la presencia de fase tetragonal y ausencia de fase monoclinica.

Las propiedades mecánicas de la circonas AS y VITA se presentan en la Tabla 1. La tenacidad de fractura se determinó por medio de la indentación Vickers, ya que el indentador punta cubo produce desconche en el entorno de la grietas e impide que estas sean lo suficientemente largas para hacer una buena estimación. Los valores calculados están en el rango previamente reportado en la literatura [2-5].

Tabla 1. *Propiedades mecánicas de la circona comercial AS y VITA, evaluadas por nanoindentación, con excepción de la tenacidad de fractura que fue medida con indentación Vickers.*

Material	E [GPa]	H_v [GPa]	K_{Ic} [MPa m ^{1/2}]
Circona AS	230 ± 3	17 ± 1	5.2 ± 0.3
Circona VITA	248 ± 10	17 ± 0.3	5.1 ± 0.2

La ligera diferencia en rigidez parece indicar que, en el material VITA, puede haber una ligera cantidad más de fase cúbica.

4.2. Degradación hidrotérmica

Para realizar la degradación hidrotérmica se consideraron factores como el proceso de elaboración de la muestra, el contenido o ausencia de color, el carácter protector del esmalte y el desbaste dental.

4.2.1. Influencia del proceso de elaboración

La Figura 3, presenta los valores experimentales para la fracción de fase monoclinica calculada a partir del análisis de los espectros de difracción de rayos X de las muestras patrón de las circonas AS ($AS_{cerámica}$ y AS_{dental}) y VITA.

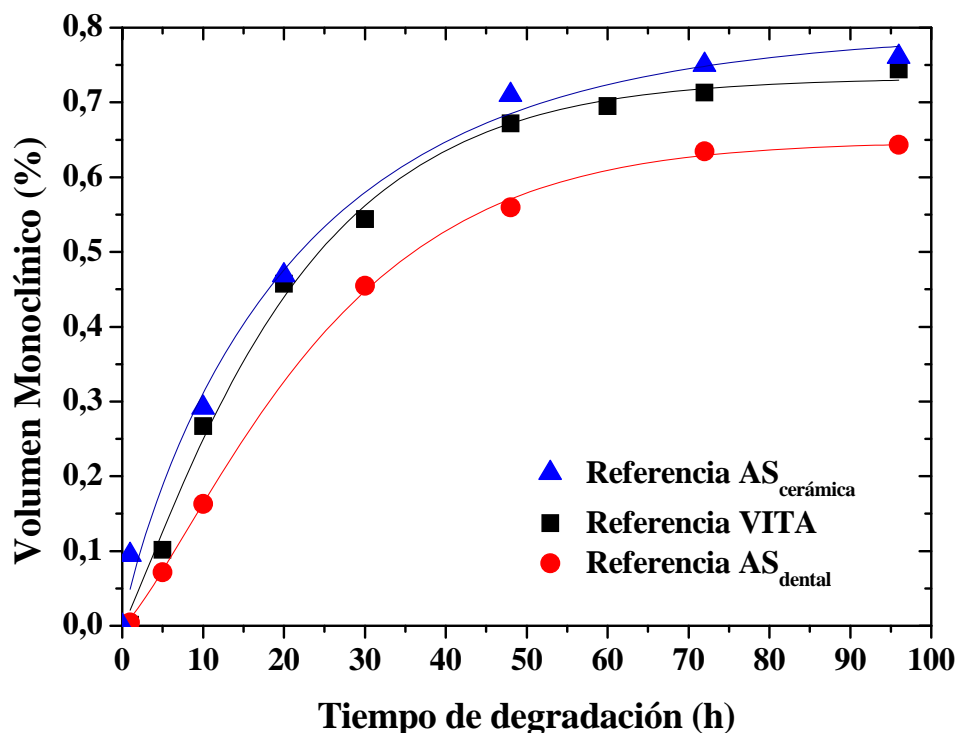


Figura 3. Curvas de degradación de las circonas AS y VITA para un período de tiempo comprendido entre 5 y 95h.

En las curvas puede observarse como la circona AS_{dental} , responde mejor al tratamiento acelerado de envejecimiento, la circona de VITA presenta mayor contenido de fase monoclinica respecto a AS_{dental} , pero menor respecto a $AS_{cerámica}$ que se muestra más afectada por el envejecimiento que las dos anteriores.

4.2.2. Influencia de la coloración

La Figura 4, muestra los resultados obtenidos después de comparar las muestras de referencia (sin color) de las circonas AS_{dental} y VITA, respecto, a las muestras AS_{dental} y VITA con adición de colorante.

Las muestras AS_{dental} continúan mostrando menor contenido de fase monoclinica, sin ninguna variación significativa entre las que contiene colorante y las que no contienen. Igualmente, las muestras VITA se observan más afectadas por el envejecimiento acelerado en las que el color tampoco juega ningún papel significativo.

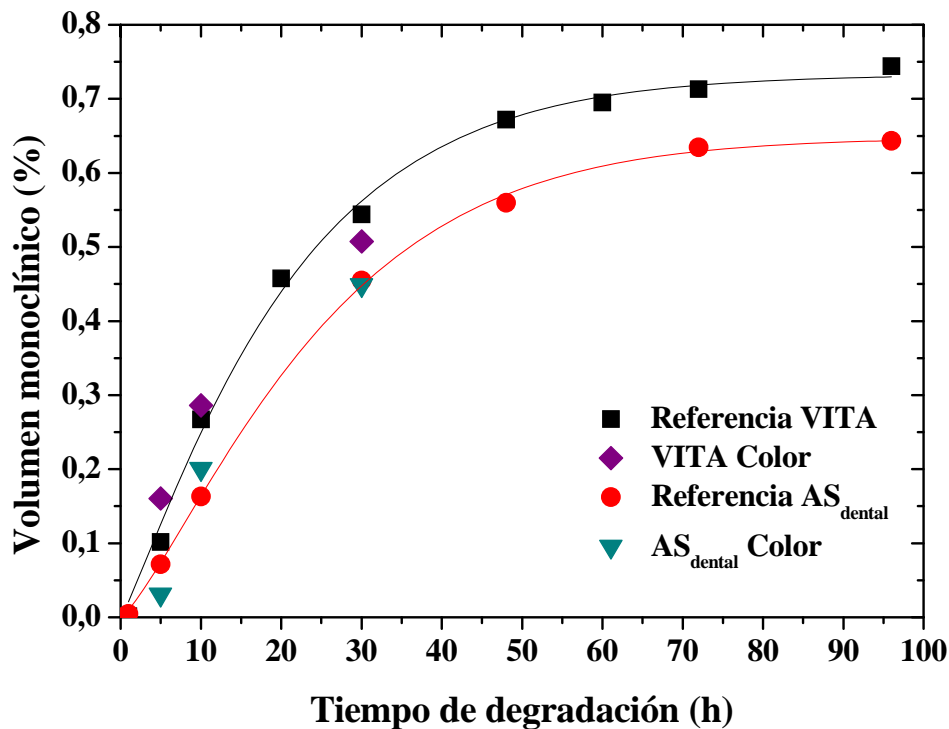


Figura 4. Evaluación del efecto del colorante sobre la degradación de la circonas.

4.2.3. Influencia del recubrimiento porcelánico

Una vez estudiado el grado de afectación del envejecimiento acelerado en las circonas AS y VITA, se realizó nuevamente un ensayo pero ya con estas recubiertas con la porcelana feldespática, VM9, y se evaluó igualmente el grado de protección de éstas. En

la Figura 5 se observan los resultados obtenidos para la circona VITA. Se observa que efectivamente las muestras esmaltadas presentan mejor comportamiento que la circona de referencia.

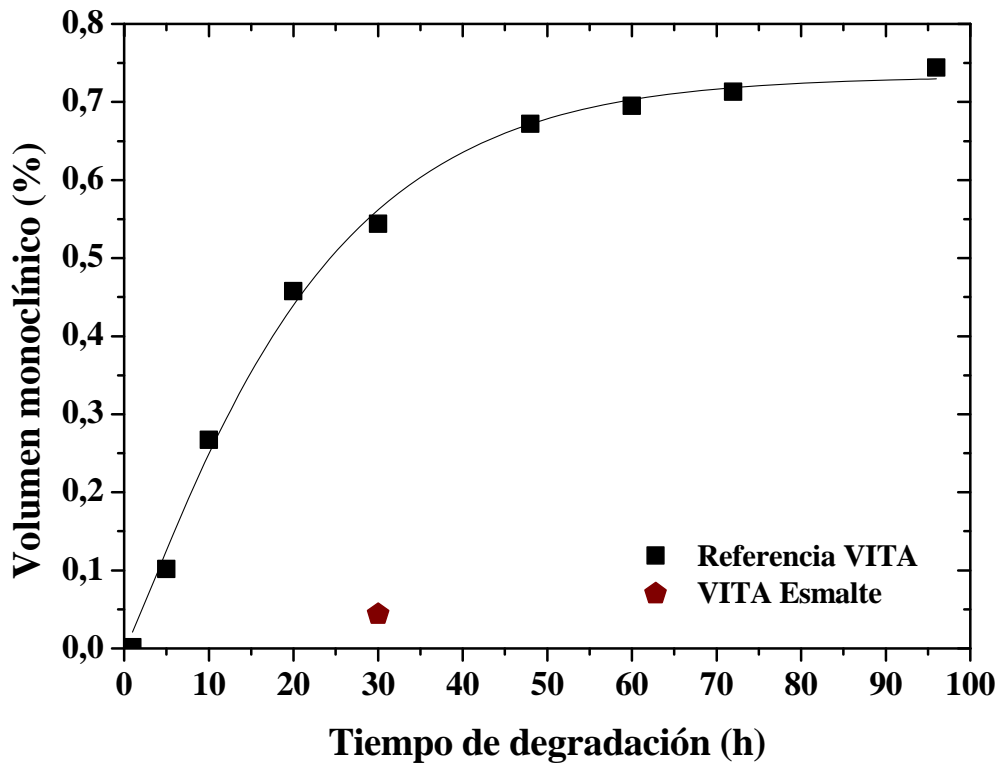


Figura 5. Evaluación del efecto del esmalte y el desbaste dental sobre la degradación de la circona VITA.

Adicionalmente, la Figura 6, muestra el espectro micro-Raman de la circona VITA esmaltada y envejecida durante 30 horas. Observándose igualmente la ausencia significativa de fase monoclinica.

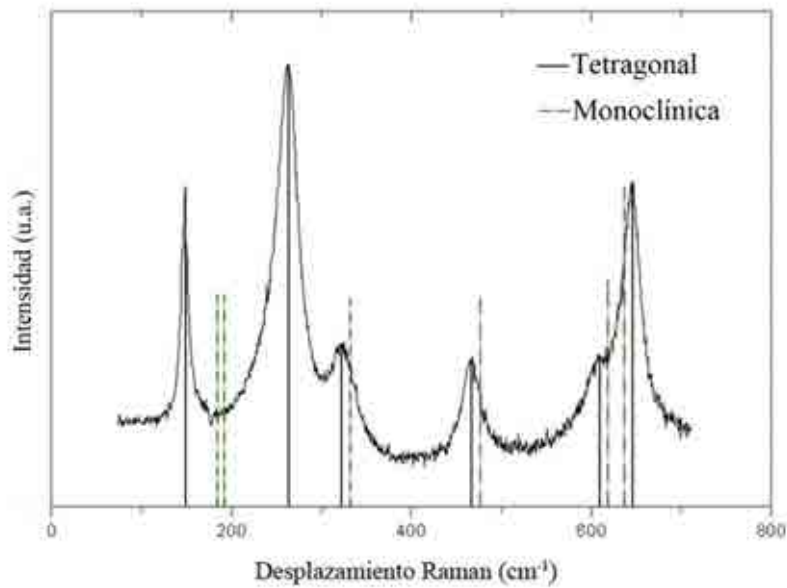


Figura 6. Espectro Raman de la circona VITA con esmalte, expuesta a tratamiento hidrotérmico durante 30h.

Las muestras AS_(dental) esmaltadas se sometieron a 5, 10 y 30h de exposición. La caracterización se realizó por espectroscopia micro-Raman mediante el método de mapeo, en la interfase circona-esmalte. La Figura 7 muestra los resultados obtenidos después de 30 horas de exposición, las muestras para 5 y 10h de exposición, dieron el mismo comportamiento. Las flechas indican los puntos donde debería verse la fase monoclinica [6-8].

Las medidas experimentales se realizaron en secciones transversales, con lo cual se elimina el efecto de la profundidad de penetración de la radiación electromagnética y del gradiente de composición [2].

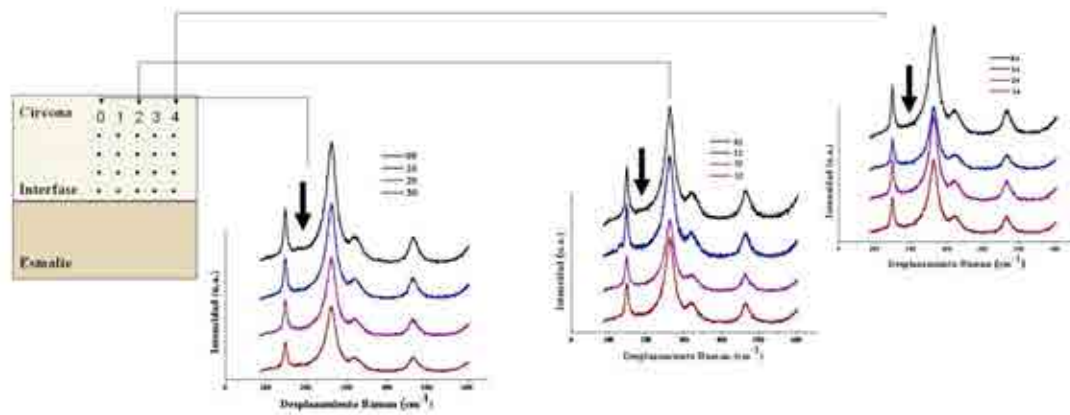


Figura 7. Espectros Raman de la circona AS_{dental} con esmalte, expuesta a tratamiento hidrotérmico durante 30h.

4.3. Caracterización microestructural y mecánica de la porcelana feldespática

En la Figura 8, se muestra la circona coloreada y a punto de ser esmaltada (Figura 8a) y el esmalte aún en verde aplicado sobre la circona a punto de ser sinterizado (Figura 8b).

La circona como ya se indicó fue desbastada antes de la sinterización, por tanto, al momento de la aplicación de la porcelana, la rugosidad en la superficie permitió una mayor adherencia del recubrimiento. La capa de esmalte se aplicó en dos tiempos para evitar problemas de adherencia y minimizar la porosidad resultante de la mezcla del polvo porcelánico con el diluyente.

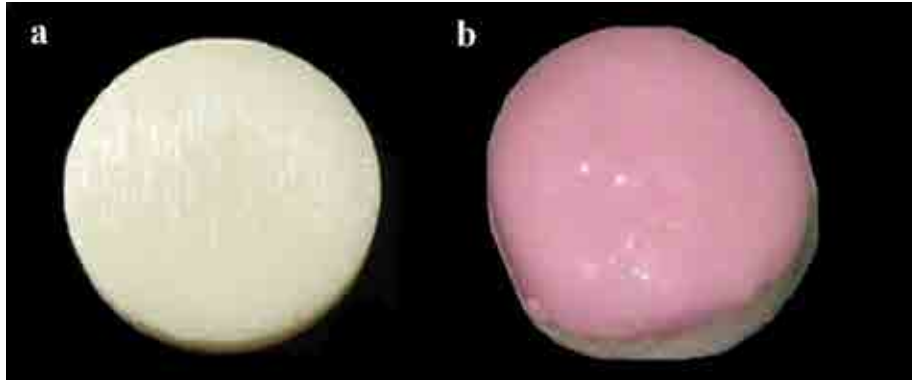


Figura 8. Muestra de circona con porcelana en verde. a) Circona coloreada. b) Esmalte en verde.

En la Figura 9, se observa la muestra terminada de circona con porcelana. En la Figura 9a se enseñan las medidas finales utilizadas en todas las muestras de estudio y en la Figura 9b el acabado espejo necesario para hacerle las caracterizaciones respectivas bajo mediciones microscópicas especialmente y además para efectos de apariencia estética. La Figura 9c enseña la imagen de una corona utilizada en la práctica dental. La diferencia en tonalidades es el resultado final de una prótesis para alcanzar la semejanza con un diente natural. Esto se consigue bajo la aplicación de diferentes capas de porcelana con tonalidades variadas hasta obtener la apariencia deseada.

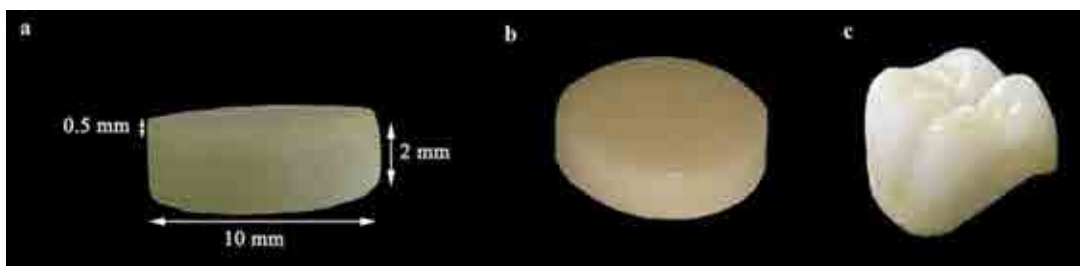


Figura 9. Muestra terminada de circona con porcelana. a) Medidas finales. b) Acabado espejo. c) Prótesis dental: corona.

Las características microestructurales de la porcelana se muestran en la Figura 10. La imagen confocal en superficie muestra una distribución relativamente homogénea de la fase cristalina (granos de leucita) y de los poros presentes. La muestra de la Figura 10a se elaboró siguiendo los estándares mencionadas en el capítulo anterior, en los cuales es permisible adicionar a la mezcla pequeñas cantidades de agua destilada. Observándose

que la densidad de poros es mayor respecto a la muestra de la Figura 10b, donde sólo se adicionó el diluyente base y se omitió el agua destilada.

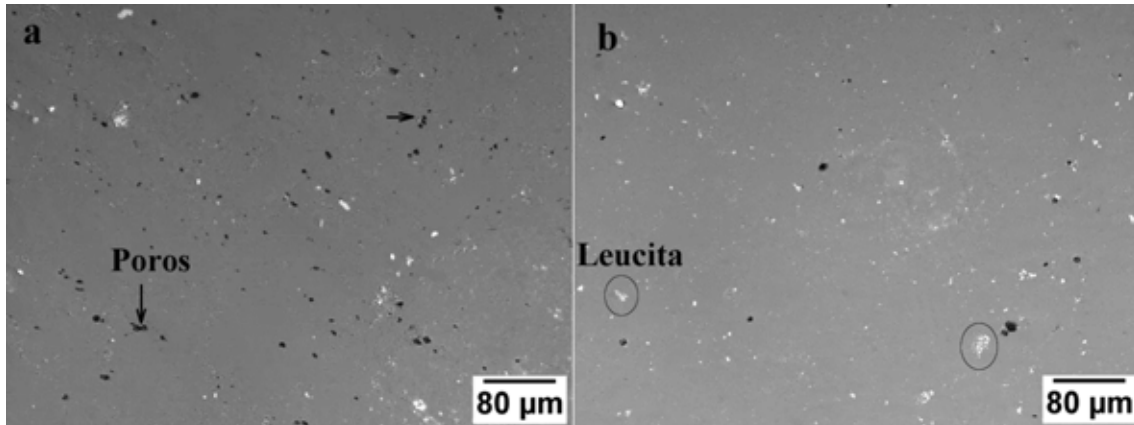


Figura 10. Imagen confocal de la porcelana con identificación de la fase cristalina presente. a) Muestra con el diluyente base y agua destilada. b) Muestra con el diluyente base.

En la Tabla 2 se muestran las propiedades mecánicas obtenidas con ensayos de nanoindentación de la porcelana feldespática. Los valores calculados están en el rango previamente reportado en la literatura [9-13].

Tabla 2. Propiedades mecánicas del recubrimiento porcelánico evaluadas por nanoindentación.

Material	E [GPa]	H [GPa]	K_{Ic} [MPa m ^{1/2}]
Porcelana, VITA VM9	72 ± 1	7.3 ± 0.1	0.6 ± 0.1

4.4. Discusión

De acuerdo con el espectro para la circona AS de la Figura 2, la fase tetragonal es la fase dominante de este material a temperatura ambiente.

Durante la preparación, las muestras VITA requieren de una temperatura de sinterización más alta con respecto a las AS, con lo que se puede suponer que estas

muestras tienen menos porosidad y van a ser menos susceptibles a la degradación hidrotérmica, sin embargo se observó lo contrario (Figura 3). Esto podría ser debido a una diferencia en la composición del polvo inicial, puesto que, la empresa VITA Zahnfabrik no proporciona información exacta de ésta, sólo que el material es una circona tipo 3Y-TZP, al igual que la AS. Además hay que tener en cuenta que al tener un tamaño de grano más grande también tendrá más transformabilidad. Un estudio más detallado del polvo VITA podría dar una información más precisa.

En cuanto a las circonas $AS_{\text{cerámica}}$ y AS_{dental} , la diferencia en porcentaje de fase monoclinica se atribuye al proceso de fabricación, ya que la AS_{dental} se presinteriza (1200°C), se desbasta y luego se sinteriza (1450°C), mientras que la $AS_{\text{cerámica}}$ se sinteriza (1450°C) y luego se desbasta.

El desbaste da lugar a una mecanización de la superficie y genera nanogranos. Creándose una capa de fase monoclinica que puede eliminarse tras un tratamiento térmico, como por ejemplo la sinterización que permite la reorganización de la microestructura conduciendo a la transformación inversa $m \rightarrow t$ [2].

El desbaste además, genera una textura que se mantiene a elevadas temperaturas, jugando un papel importante en el proceso de degradación. La presencia de ésta, se evidencia cuando la distancia relativa entre los dos picos a $35^{\circ}(2\theta)$ disminuye en comparación con una circona no desbastada [14]. El estudio detallado del desbaste en la circona lo describe Muñoz en la referencia [2].

En la Figura 4 se observó que el colorante no afecta la degradación, ya que tanto los valores de la circona de referencia como los de una circona con color dan porcentajes similares.

Las muestras con una capa de esmalte no presentaron transformación monoclinica representativa, (Figura 5).

El análisis por espectroscopia micro-Raman de las circona AS_{dental} y VITA (Figuras 6 y 7), confirma las observaciones realizadas por XRD, donde se observó el carácter protector del esmalte.

Después de hacer los diferentes estudios con las circonas AS y VITA, se determinó continuar con el desarrollo de este trabajo utilizando como sustrato la circona AS_(dental) puesto que presentó mejor respuesta frente al ataque hidrotérmico, además ha sido bastante estudiada por los diferentes miembros del laboratorio y finalmente porque al fabricarla en casa permite controlar con mayor facilidad las variables que puedan afectar su resistencia y adicionalmente reduce costes.

El acabado de la circona conservando una rugosidad aparente y la aplicación de la porcelana por capas permitió obtener muestras con una buena adherencia sustrato-recubrimiento (Figura 8).

El espesor final de la capa de esmalte (Figura 9) está contenido en los rangos indicados en la literatura [10,15]. La tonalidad uniforme obtenida en las muestras, se debe a que sólo se trabajó con un color de la gama VITA-VM9, es decir el 2M2 Base Dentina como se indico en el capítulo 3, a diferencia de una prótesis dental que debe incluir capas de diferentes tonos para obtener un acabado estético ideal a las necesidades del individuo que la requiere.

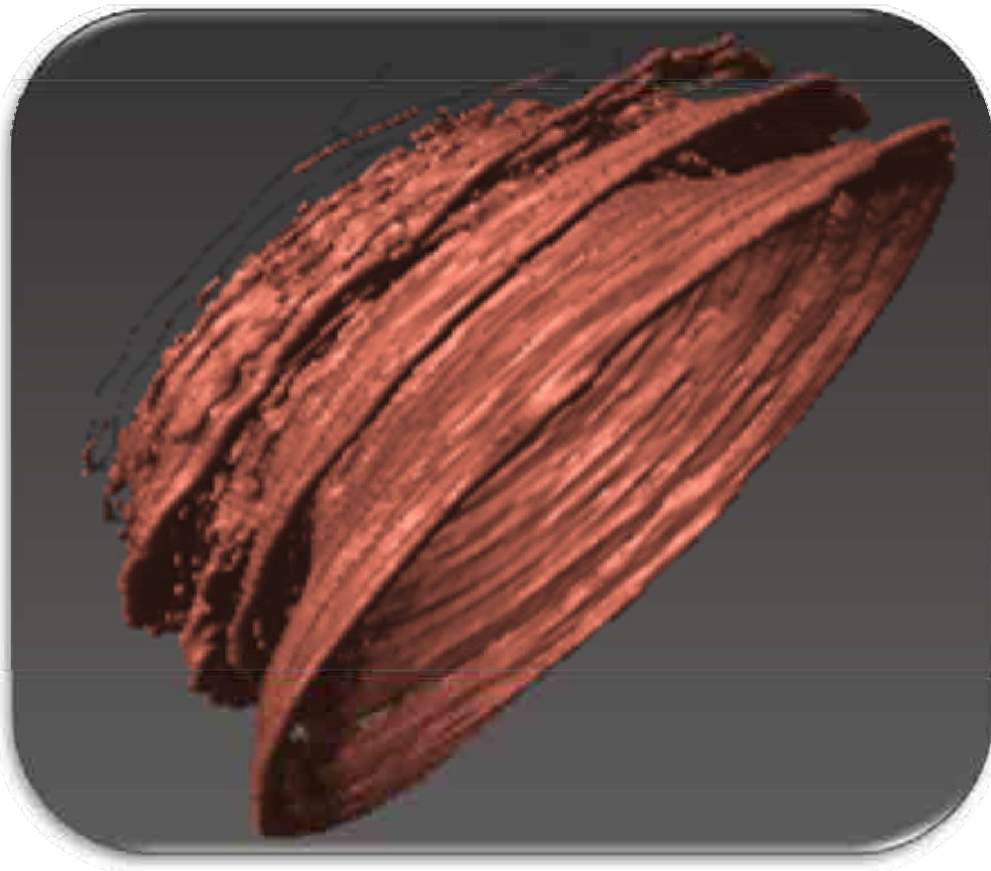
Una vez evaluado el efecto del agua destilada (Figura 10) sobre la mezcla porcelánica, se determino elaborar las muestras de estudio sin adición de ésta, ya que aumenta la porosidad. La observación con el microscopio confocal permitió observar la distribución de los granos de leucita. La ampliación de esta caracterización microestructural se observa en el capítulo 7.

4.5. Referencias

- [1] Norma ASTM F-1873. Standard specification for high-purity dense yttria tetragonal zirconium oxide polycrystal (Y-TZP) for surgical implant applications 1998:1–3.
- [2] Muñoz Tabares JA. Cambios microestructurales en 3Y-TZP desbastada y su influencia en la degradación hidrotérmica. Tesis doctoral, Universitat Politècnica de Catalunya; 2010.
- [3] Quinn GD, Bradt RC. On the Vickers indentation fracture toughness test. *Journal of the American Ceramic Society* 2007;90(3):673–80.
- [4] Lee SK, Jensen RP, Readey MJ. Effect of grain size on scratch damage in Y-TZP ceramics. *Journal of Materials Science Letters* 2001;20:1341–1343.
- [5] Ruiz L, Readey MJ. Effect of heat treatment on grain size, phase assemblage, and mechanical properties of 3 mol% Y-TZP. *Journal American Ceramic Society* 1996;79(9):2331–40.
- [6] Muñoz Tabares JA, Anglada MJ. Quantitative analysis of monoclinic phase in 3Y-TZP by Raman spectroscopy. *Journal of the American Ceramic Society* 2010;93(6):1790–5.
- [7] Katagiri G, Ishida H, Ishitani A. Direct determination by a Raman microprobe of the transformation zone size in Y_2O_3 containing tetragonal ZrO_2 polycrystals. *Advances in Ceramics: Science and technology of zirconia III* 1988; 24:537-44
- [8] Lim C, Finlayson T, Ninio F, Griffiths J. In-situ measurement of the stress-induced phase transformation in magnesia-partially-stabilized zirconia using Raman spectroscopy. *Journal of the American Ceramic Society* 1992;75:1570–3.
- [9] Rizkalla AS, Jones DW. Indentation fracture toughness and dynamic elastic moduli for commercial feldspathic dental porcelain materials. *Dental Materials* 2004;20:198–206.

- [10] Jung YG, Wuttiphan S, Peterson IM, Lawn BR. Damage modes in dental layer structures. *Journal of Dental Research* 1999;78(4):887–97.
- [11] Lawn BR, Deng Y, Miranda P, Pajares A, Chai H, Kim DK. Overview: Damage in brittle layer structures from concentrated loads. *Journal of Materials Research* 2002;17(12):3019–36.
- [12] Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part I. Pressable and alumina glass-infiltrated ceramics. *Dental Materials* 2004;20:441–8.
- [13] He LH, Swain MV. Nanoindentation derived stress–strain properties of dental materials. *Dental Materials* 2007;23:814–21.
- [14] Kim D-J, Jung H-J, Kim H-J. *t-r* phase transformation of tetragonal zirconia alloys by grinding. *Journal of Materials Science Letters* 1995;14:285–8.
- [15] Peumans M, Van Meerbeek B, Lambrechts P, Vanherle G. Porcelain veneers: a review of the literature. *Journal of Dentistry* 2000;28:163–77.

Capítulo 5



**Contacto monotónico sobre porcelana
dental feldespática**

El contacto Hertziano bajo indentación esférica permite simular condiciones de masticación en ambientes de laboratorio y de esta manera estimar el tiempo de vida útil de los materiales dentales. Por tanto, este capítulo está dedicado al estudio de la respuesta mecánica de la porcelana dental feldespática VITA VM9, bajo solicitaciones de contacto monotónico en ambiente seco.

Caracterizar el daño y las grietas producidas bajo cargas de contacto es fundamental para entender las causas de falla del recubrimiento porcelánico sobre circona, y de esta manera diseñar mejores componentes, así como asegurar la integridad y fiabilidad a largo plazo de las prótesis dentales.

El objetivo principal de esta sección es evaluar la porcelana feldespática VITA VM9 frente al contacto monotónico con esferas de diferentes radios y cargas aplicadas. Esta caracterización va acompañada de la técnica de reconstrucción tomográfica en 3D, que permite conocer la profundidad de la grieta y morfología al interior de la misma.

5.1. Observación visual

Una vez realizadas las indentaciones se procedió a la observación de las grietas producidas en la porcelana, las cuales se muestran en la Figura 1.

En esta figura puede apreciarse que la formación de la grieta anillo aparece en un rango de cargas de 40N hasta 220N, dependiendo del radio de esfera. Mientras que a cargas altas comprendidas entre 80N y 750N, en función del radio de esfera, aparecen varios anillos concéntricos con mayor radio que la primera grieta anillo. Así mismo, la relación entre la carga crítica y el radio del indentador tienden a un valor constante siguiendo la ley de Auerbach [1], tal y como se presenta en la Figura 2.

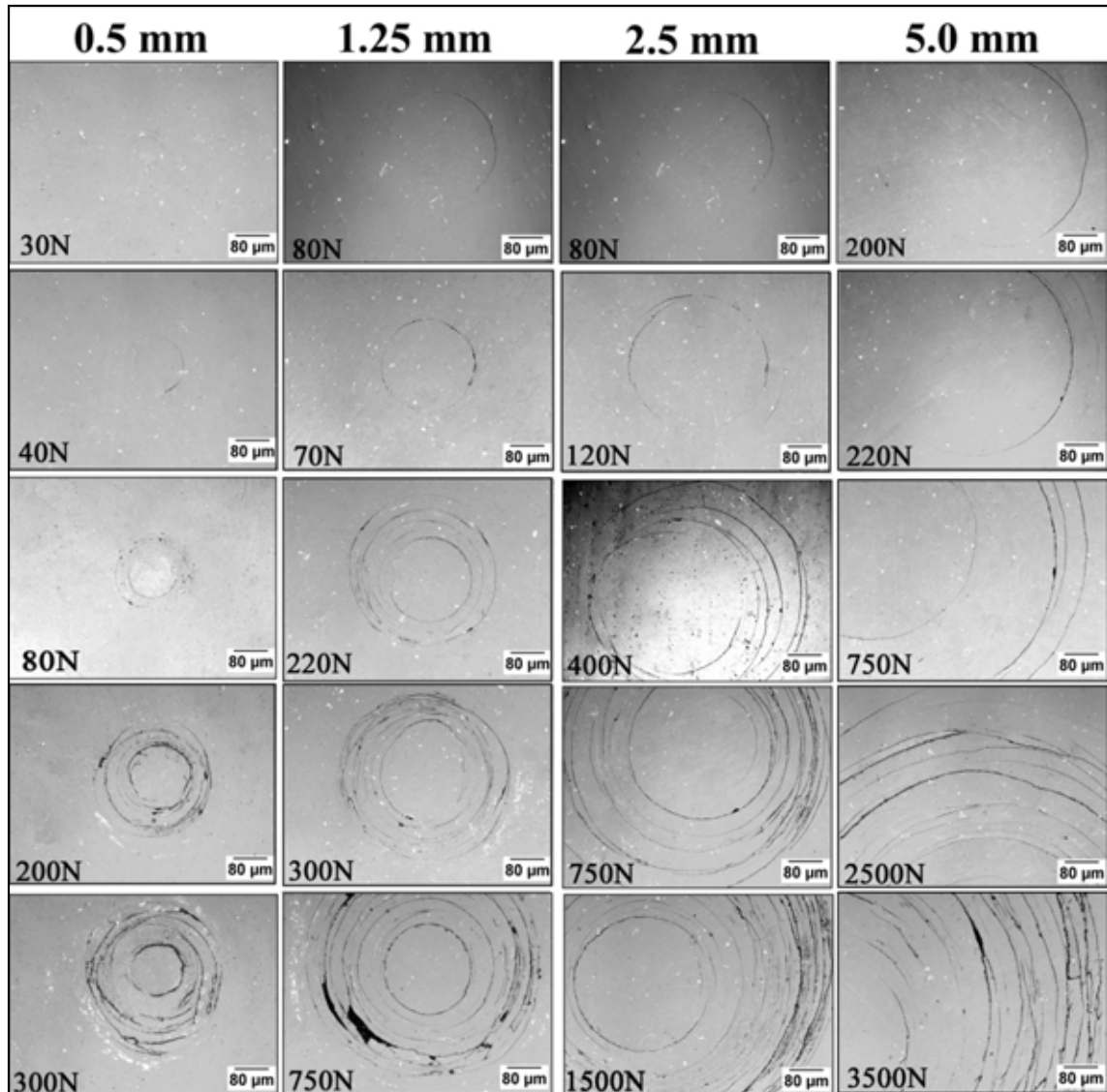


Figura 1. Secuencia del daño por contacto Hertziano monotónico en el recubrimiento feldespático con espesor de capa de $500\mu\text{m}$ y esferas de WC-Co y R: 0.5, 1.25, 2.5 y 5 mm. La carga aplicada para cada radio de indentador se observa a la izquierda de cada imagen.

Así mismo, a cargas altas aparecieron algunas grietas radiales no muy largas, causando pequeñas pérdidas de material entre las grietas anillo. Adicionalmente, y según observaciones realizadas con el microscopio confocal, no hubo ni deformación inelástica apreciable ni hundimiento en la superficie.

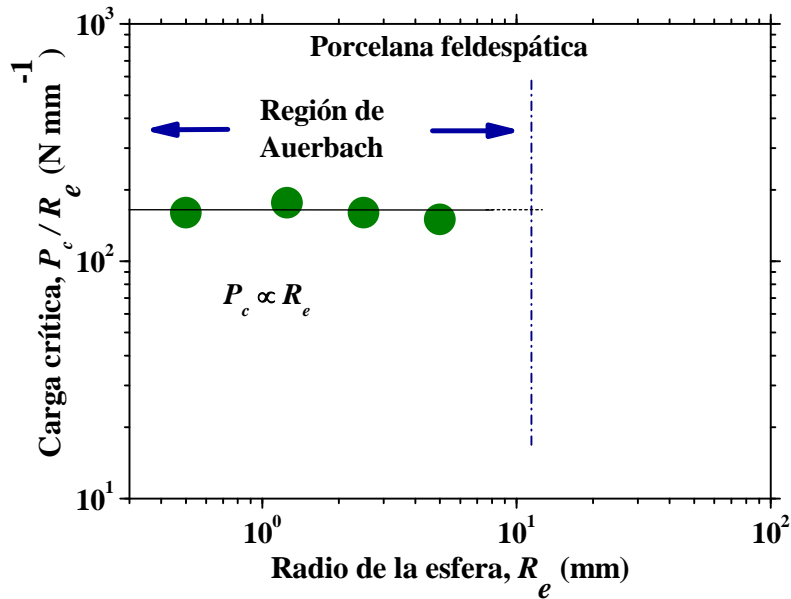


Figura 2. Curva P_c/R_e vs R_e de la porcelana feldespática VM9 indentada con esferas de WC-Co.

5.2. Reconstrucción tomográfica

Como ya es sabido, con la reconstrucción tomográfica se caracterizó el daño producido en la porcelana debido al contacto esférico y las grietas ocasionadas por la nanoindentación con el indentador punta cúbico. Las imágenes de la secuencia de pulido manual de la muestra sometida a contacto esférico se presentan en la Figura 3.

Al comienzo del pulido la eliminación del material fue significativa, limitando la diferenciación de los anillos secundarios, debido a que estaban interconectados, pero a medida que se fue avanzando con el pulido, las grietas se definieron mejor y fueron más estables, mostrando claramente la forma de la huella residual.

Posteriormente, las grietas exteriores desaparecieron observándose sólo el anillo interior, el cual desapareció a medida que se continuó eliminando material. Finalmente, se alcanzó la interfase, la cual mostró una superficie plana y sin evidencia de daño, como grietas o deformación.

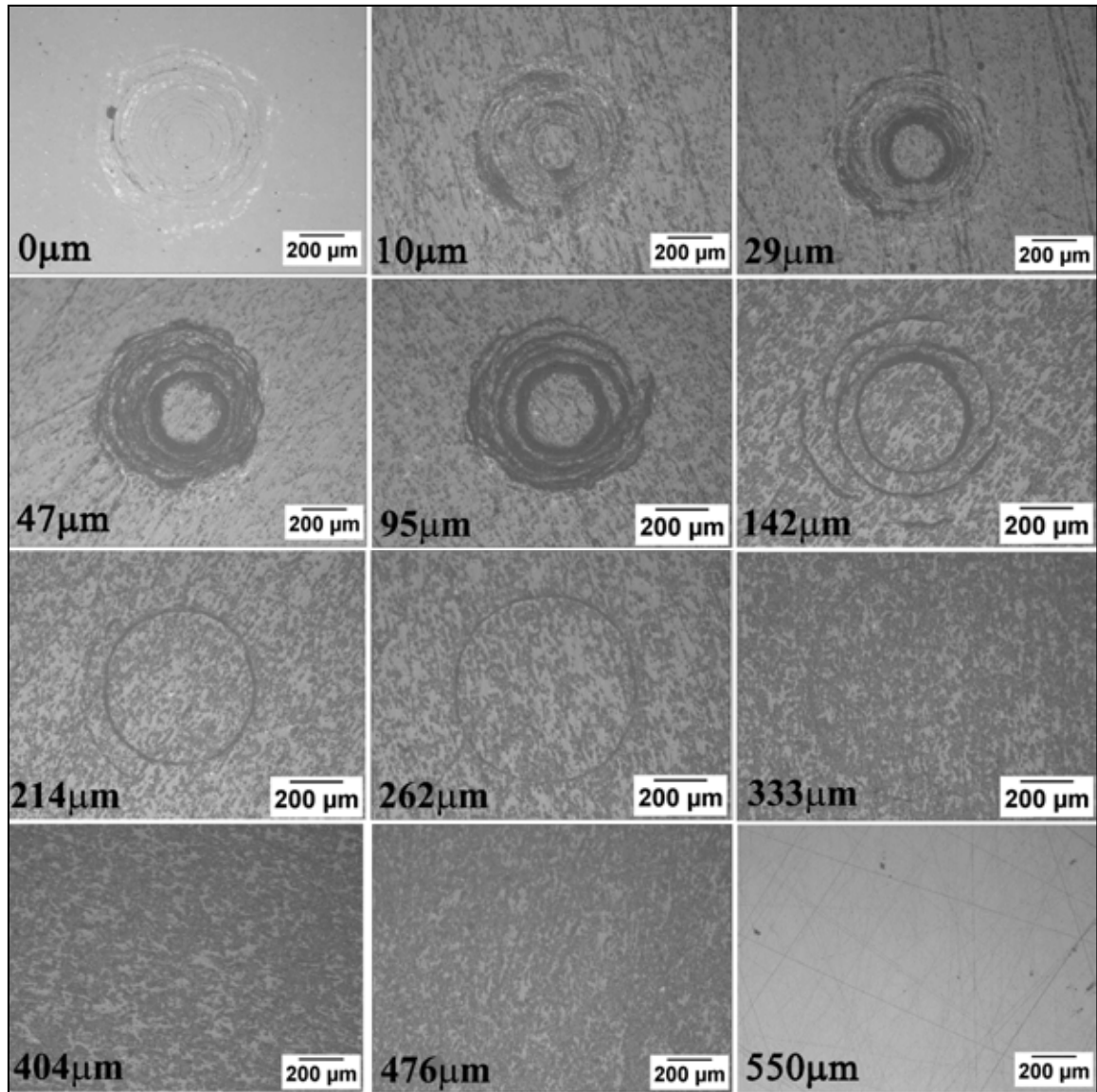


Figura 3. *Secuencia de las secciones transversales obtenidas por pulido manual de la grieta producida por contacto monotónico con esfera de radio R de 1,25 mm a una carga de 750N. El espesor eliminado se indica a la izquierda de cada imagen. Se observa la existencia de la grieta cono, así como la ausencia de daño significativo en el sustrato (última imagen).*

Por otro lado, La Figura 4, presenta una serie de imágenes tomadas durante el corte secuencial por FIB de la nanoindentación con punta cúbica. Tanto la huella residual como las grietas generadas en el vértice fueron observadas de forma clara, visualizándose como la grieta se desvió una vez alcanzó una colonia de leucita.

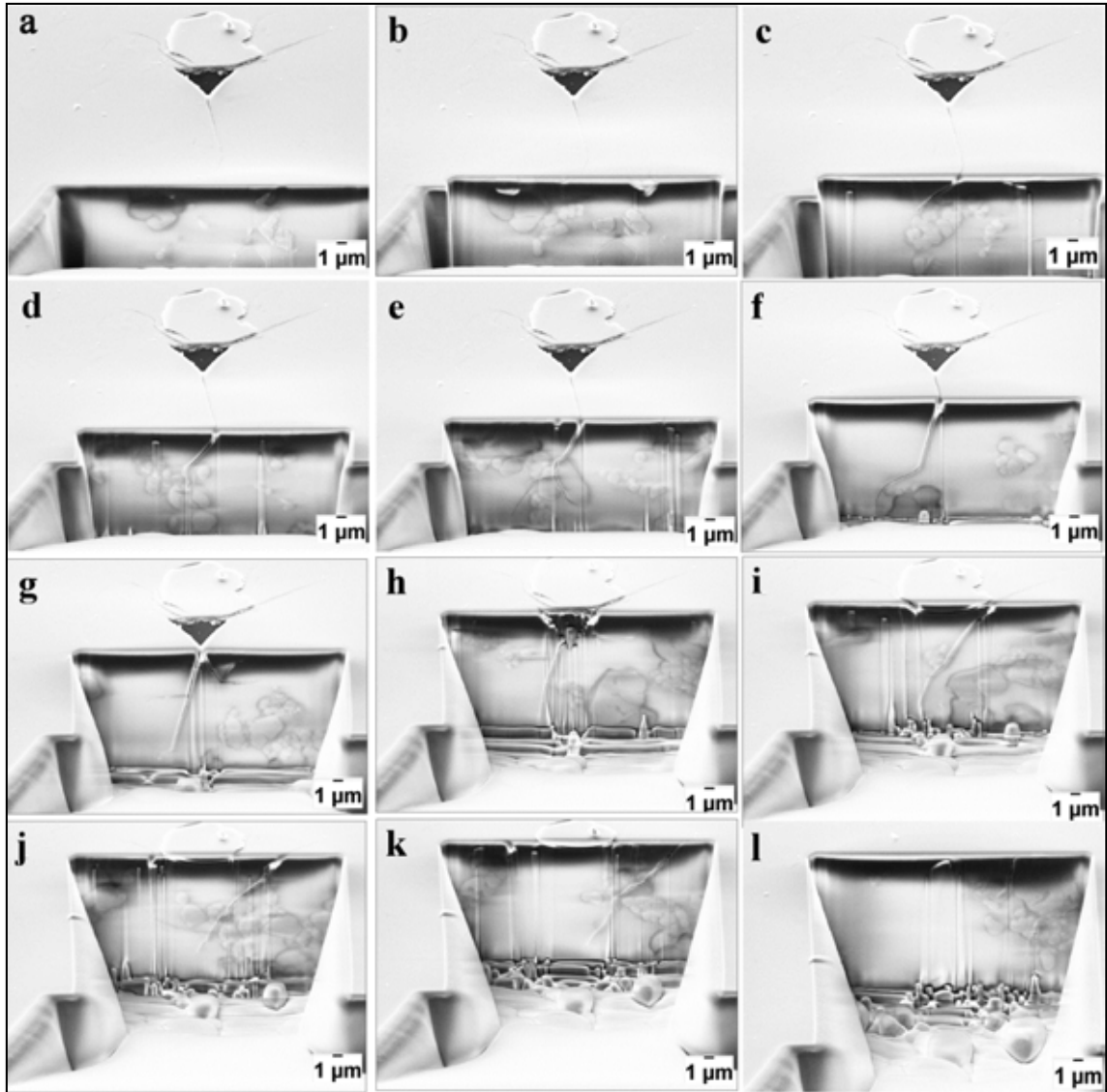


Figura 4. *Secuencia de las secciones transversales obtenidas por FIB de las grietas producidas por la nanoindentación con punta cubo a una carga de 100mN.*

Después de obtenidas las imágenes se procedió a realizar la reconstrucción tomográfica, tal y como se resume en la Figura 5.

La reconstrucción en 3D, en el caso del contacto esférico, muestra tres grietas como, una principal y dos secundarias. Por otro lado, se muestra la huella residual producida por la nanoindentación, en la que se ve claramente la interacción de las partículas de leucita con la trayectoria de la grieta.

La Figura 6a, muestra la sección transversal de la grieta bajo contacto esférico con los parámetros geométricos de las grietas como obtenidas con la reconstrucción tomográfica. El cono principal se pudo definir bien, pero los conos secundarios estaban interconectados, por lo tanto, fue difícil identificarlos y medirlos.

Paralelamente, se indentó una muestra con los mismos parámetros mencionados anteriormente y se pulió transversalmente hasta visualizar la grieta, tal como se observa en la Figura 6b. En esta muestra el recubrimiento se dañó parcialmente debido al pulido, por lo que las medidas de los parámetros geométricos fueron bastante difíciles de establecer, sin embargo, el cono principal fue fácilmente identificado y cuantificado.

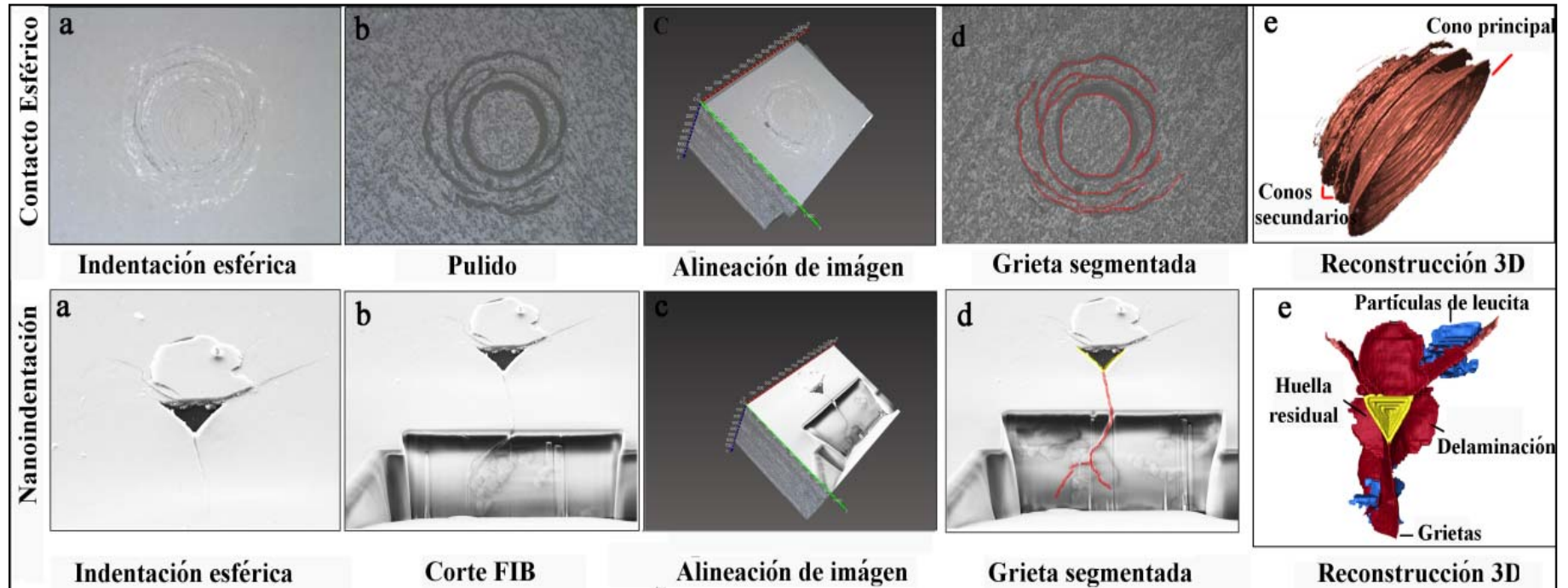


Figura 5. Pasos de la reconstrucción de las muestras bajo ensayos de contacto esférico y nanoindentación. Software Avizo.

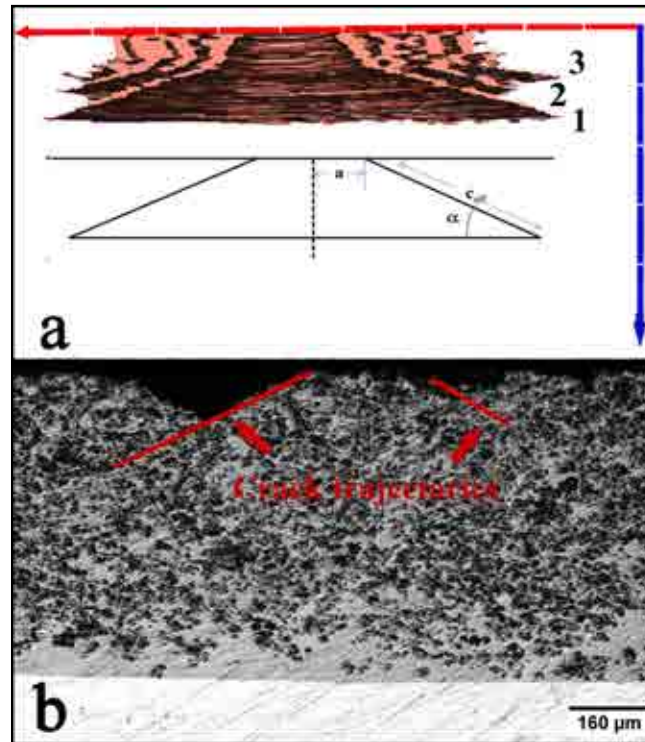


Figura 6. a) Sección transversal de las grietas cono de la muestra indentada con esferas de radio R_e 1.25 mm a una carga de 750N, obtenida bajo reconstrucción tomográfica y esquema de los parámetros geométricos críticos. α es el ángulo de la base del cono, c_{eff} es la longitud efectiva de la grieta cono y a es el radio de la grieta anillo superficial [2]. b). Sección transversal de la huella residual de una carga de 750N con esferas de WC-Co y R_e 1.25 mm.

En la Tabla 1 se registran los parámetros geométricos de las dos secciones obtenidas por tomografía y la sección transversal pulida (Figura 6). Se observó que los conos principales de las dos muestras dan valores similares.

Tabla 1. *Parámetros geométricos de las grietas como medidas en las secciones transversales obtenidas por tomografía y pulido transversal. α es el ángulo de la base del cono, c_{eff} es la longitud efectiva de la grieta cono y a es el radio de la grieta anillo superficial.*

Muestra	Cono	Parámetros geométricos		
		α [°]	c_{eff} [μm]	a [μm]
Tomografía	1. Principal	22 ±2	354 ±10	73 ±3
	2. Secundario	21 ±2	272 ±10	104 ±3
	3. Secundario	22 ±2	174 ±10	199 ±3
Sección transversal pulida	Interior	21 ±4	209 ±40	75 ±1

Por otro lado, en la Figura 7, se muestran imágenes obtenidas por FIB de la nanoindentación con punta cubo. En esta figura se reconstruyó la trayectoria de las grietas por medio de la tomografía, pudiéndose ver que donde la aglomeración de las partículas de leucita es grande, la trayectoria de la grieta se defleca creando ramificaciones en el interior del aglomerado. En contraste, donde hay pocas partículas la trayectoria de la grieta no defleca.

Finalmente, la Figura 8 muestra la secuencia de daño de la indentación con una carga de 1500N. A esta carga el daño de la superficie fue excesivo, por tanto, no fue posible cuantificar sus parámetros geométricos por medio de la reconstrucción 3D. Sin embargo, se observó la misma grieta patrón sin ningún daño aparente en la interfase.

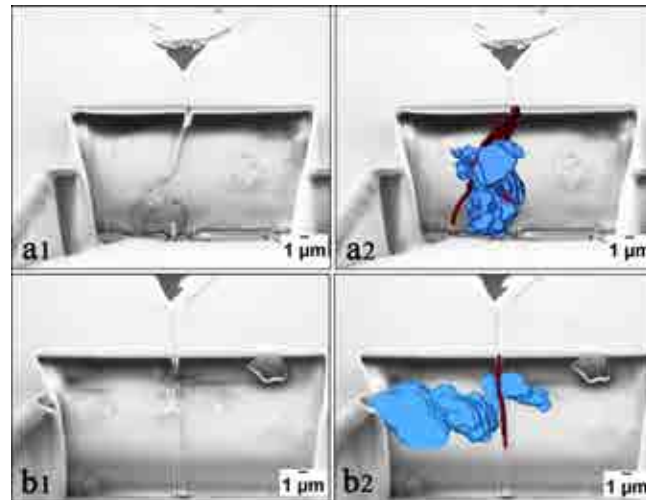


Figura 7. Reconstrucción tomográfica de las grietas producidas por nanoindentación con punta cubo. En las imágenes superiores (a1-a2) se observa como la grieta deflecha al acercarse a una colonia de partículas de leucita, probablemente debido a las tensiones residuales. En las imágenes inferiores (b1-b2) la grieta atraviesa la colonia de leucita ya que hay menos densidad de partículas.

5.3. Discusión

La reconstrucción tomográfica permitió obtener información esencial de las grietas producidas por indentación, las cuales eventualmente se propagan dentro del material y no pueden verse directamente con instrumentos ópticos. En este sentido, la tomografía por FIB es una herramienta muy valiosa cuando se trata de reconstruir pequeños volúmenes de materiales típicos, del orden de unas pocas micras cúbicas con una resolución de unos pocos nanómetros. De otro lado, la tomografía, desde el punto de vista del pulido mecánico secuencial, es una herramienta útil cuando de grandes volúmenes se trata, aunque la resolución y precisión de la técnica es considerablemente más baja que la tomografía asistida por FIB. En el presente caso, las grietas producidas por indentación esférica sobre recubrimientos de porcelana tienen un interés específico ya que son similares al daño producido por las cargas de contacto (masticación, mordida, entre otros) durante el tiempo de vida de las prótesis.

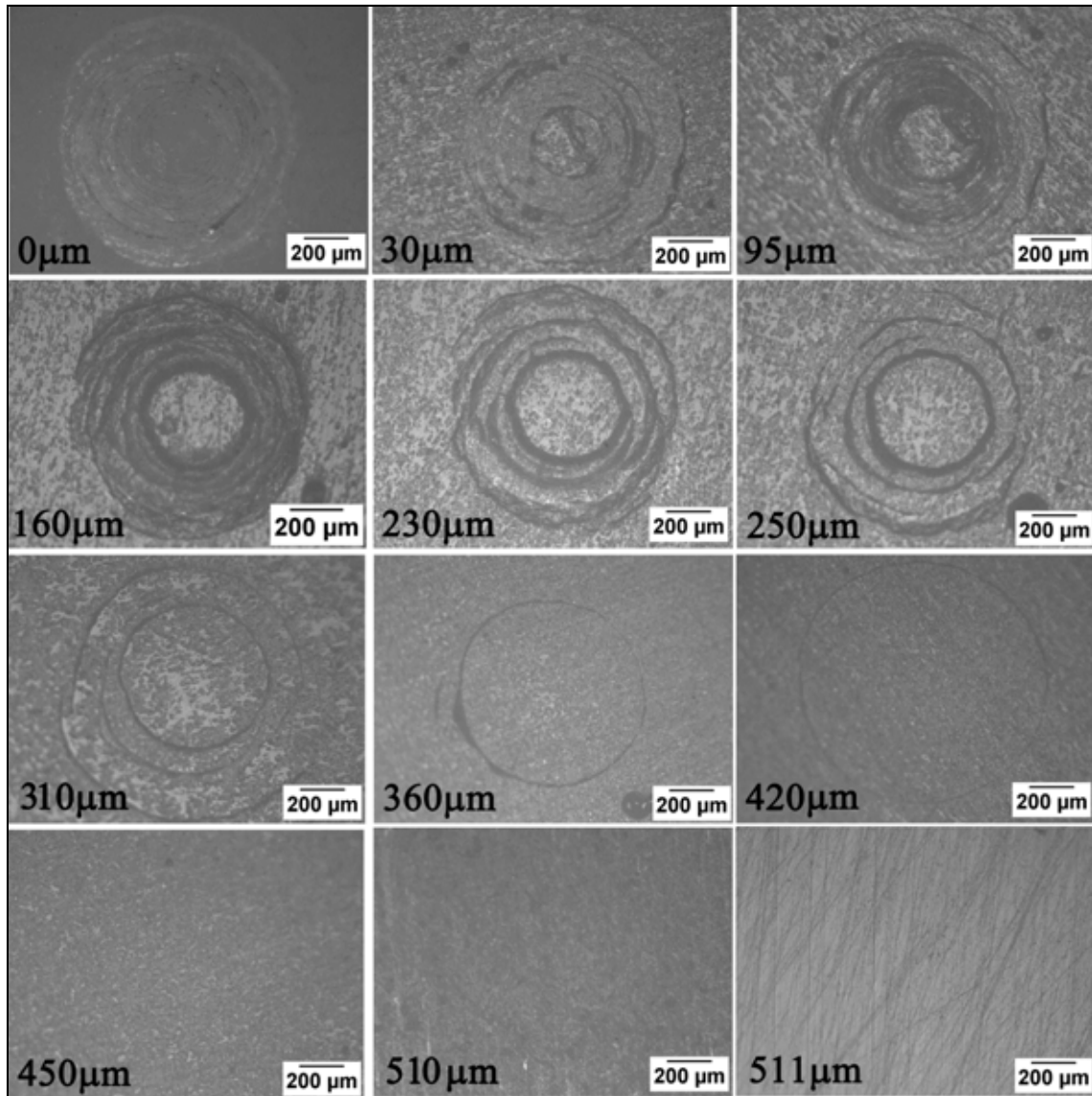


Figura 8. *Secuencia de daño del recubrimiento feldespático durante el pulido secuencial de la muestra indentada con radio de esfera R_e 1.25mm a una carga de 1500N. El espesor eliminado se reporta a la izquierda de cada imagen.*

Aunque las reconstrucciones tomográficas proporcionaron una valiosa información sobre las grietas, no debe descartarse que su longitud pueda ser alterada durante el proceso de ablación del material.

Este es especialmente el caso de las indentaciones puntiagudas (las cuales fueron cortadas por FIB) debido a que el volumen deformado produce un campo de tensión

residual que puede alterar la forma de la huella. A pesar de todo, es posible que en este caso el efecto sea mínimo, ya que la longitud de las grietas es comparable en todas las direcciones con independencia de las orientaciones del corte, y la longitud de las grietas reconstruidas en la superficie coincide con las de las grietas originales.

La reconstrucción de las grietas obtenidas por nanoindentación se muestran en la Figura 5. En ella se observa que las grietas indentadas siguen un patrón radial tal como se asumió en la ecuación utilizada de tenacidad de fractura [3]. Sin embargo, en la reconstrucción también se observaron algunas grietas laterales. Por tanto, la propagación de éstas se tradujo en delaminación o desconche del material. La delaminación alrededor de la huella residual en la superficie de la muestra se observó también a cargas altas.

La Figura 4 sugiere que las partículas de leucita embebidas en la matriz vítrea producen un campo de tensión compresivo, el cual desvía la grieta. El coeficiente de expansión térmica de la leucita es alrededor de $\alpha_L = 22.3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, mientras que el coeficiente de expansión térmica de la matriz vítrea es alrededor de $\alpha_G = 8.4 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Así mismo, el proceso de enfriamiento genera esfuerzos tensiles en las partículas de leucita y esfuerzos compresivos alrededor de las partículas de la matriz vítrea [4]. Por lo tanto, se estimó la tensión residual (σ_{res}) mediante la siguiente ecuación [5] la cual dio un valor aproximado de 457 MPa:

$$\sigma_{res} = \frac{(\alpha_L - \alpha_G)\Delta T}{(1 - 2\nu_L)/E_L + (1 + \nu_G)/2E_G} \quad (1)$$

Donde E_L es el módulo de Young de las partículas de leucita, el cual es igual a 57 GPa [6] y E_G es el módulo de Young del recubrimiento vítreo, que medido por nanoindentación dio un valor igual a 72 GPa. ν_L y ν_G son los coeficientes de Poisson de la leucita y la fase vítrea respectivamente. En ambos se asumió un valor igual a 0.22 [7]. Finalmente, ΔT es la diferencia en temperatura considerada como 600K, asumiendo que la transferencia de esfuerzos comienza en el punto de deformación de la porcelana.

Esto conlleva a un esfuerzo de compresión radial relativamente alto, que disminuye el factor de intensidad de tensiones de las grietas en la cercanía de una partícula de leucita, produciendo una deflexión en dicha grieta, tal como se observa en la Figura 7. Cuando el factor de intensidad de tensiones en la punta de la grieta es lo suficientemente alta, se fractura la partícula de leucita, dado que el interior está bajo esfuerzos de tensión residual [8]. Sin embargo, algunos efectos como la diferencia entre la elasticidad de las partículas de leucita y la matriz vítrea, pueden también influenciar en la trayectoria de la fisura.

A pesar del incremento de la tenacidad de fractura en la porcelana debido a las partículas de leucita, vale la pena mencionar que su tendencia a formar colonias conlleva a una tenacidad de fractura menor respecto a la que se obtendría si se tuviese una distribución homogénea de partículas. En este sentido, una mejor distribución de las partículas de leucita podría dar como resultado un material con alta tenacidad.

En el caso de la indentación esférica, las grietas radiales que aparecieron se registraron dentro del rango de cargas de masticación normal y de bruxismo reportado en la literatura [9-13]. Sin embargo, hay que señalar que la esfera de indentación es de WC-Co, la cual tiene un módulo de elasticidad más alto que cualquier alimento o diente, estos durante el uso serán las contrapartes de contacto, es decir, donde se produce la carga de contacto cíclico.

Si se compara la indentación en otros tipos de cerámicos o vidrios, la cantidad de grietas anillo que aparecen en la superficie es mayor, lo que podría relacionarse con la gran cantidad de defectos y poros en la superficie [9,10,14,15].

La reconstrucción realizada después del pulido secuencial (Figura 3), muestra que tres de estas grietas anillo en la superficie del material fueron grietas cono, típicas de los materiales frágiles. El cono interior (etiquetado como 1) se desarrolla a partir de la grieta anillo formada alrededor del área de contacto y crece de manera estable hacia el interior. La longitud de estas grietas fueron considerablemente más cortas de lo esperado si sólo se hubiese formado una grieta, lo que indica que el multi-agrietamiento

permitió la liberación de la energía de fractura. Además, en la interfase no se observó grietas o daños (radiales o delaminación), indicando que esta zona no va a ser un punto crítico de falla durante la carga de contacto. La profundidad de la grieta como principal fue de aproximadamente un cuarto del espesor del recubrimiento. La presencia de conos secundarios cambia el campo de tensión elástica, sin embargo, el ángulo de apertura del cono coincide con el ángulo esperado de 21° según la literatura [13,16,17].

La sección transversal observada en la Figura 6b, permite comparar los dos métodos de caracterización interna de una huella residual. Los resultados son comparables, no obstante, la orientación de la muestra durante el pulido como se ve en la Figura 6b, y el daño producido por el mismo, distorsionó la orientación de las grietas con respecto a lo observado en la Figura 6a. La no aparición de los conos secundarios en la sección transversal pulida (Tabla 1), confirmó las dificultades que se presentan para evaluar el daño generado en estos materiales, por lo tanto, la tomografía fue propuesta como una alternativa en este caso.

La Figura 7, muestra como las grietas se desvían alrededor de las colonias de leucita debido a los esfuerzos residuales generados, lo que confirma que el alto porcentaje de leucita incrementa la tenacidad del material.

Finalmente, la Figura 8 muestra que a altas cargas el daño es excesivo, presentándose multiagrietamiento o desconche. Sin embargo, la longitud del cono no alcanzó la interfase y no se observaron daños secundarios como en el caso anterior.

5.4. Conclusiones

Después de realizar las observaciones en la superficie de la porcelana se pudo comprobar que la muestra no presentó deformación inelástica apreciable, ni hundimiento.

La obtención de la fisura anillo bajo ensayos monotónicos permitió determinar la carga crítica a la cual el material empieza a presentar daño por contacto, facilitando además, la caracterización bajo carga estática y cíclica mediante la acotación de rangos de trabajo.

Con la aplicación de cargas de contacto por encima de la carga crítica para la fisura anillo se generó multiagrietamiento superficial, que relajan las tensiones y modifican el campo de tensiones propiciando la formación de grietas catastróficas para el material.

Las altas cargas aplicadas generaron multiconos al interior del recubrimiento, sin embargo estos no alcanzaron la interfase con el sustrato de circona.

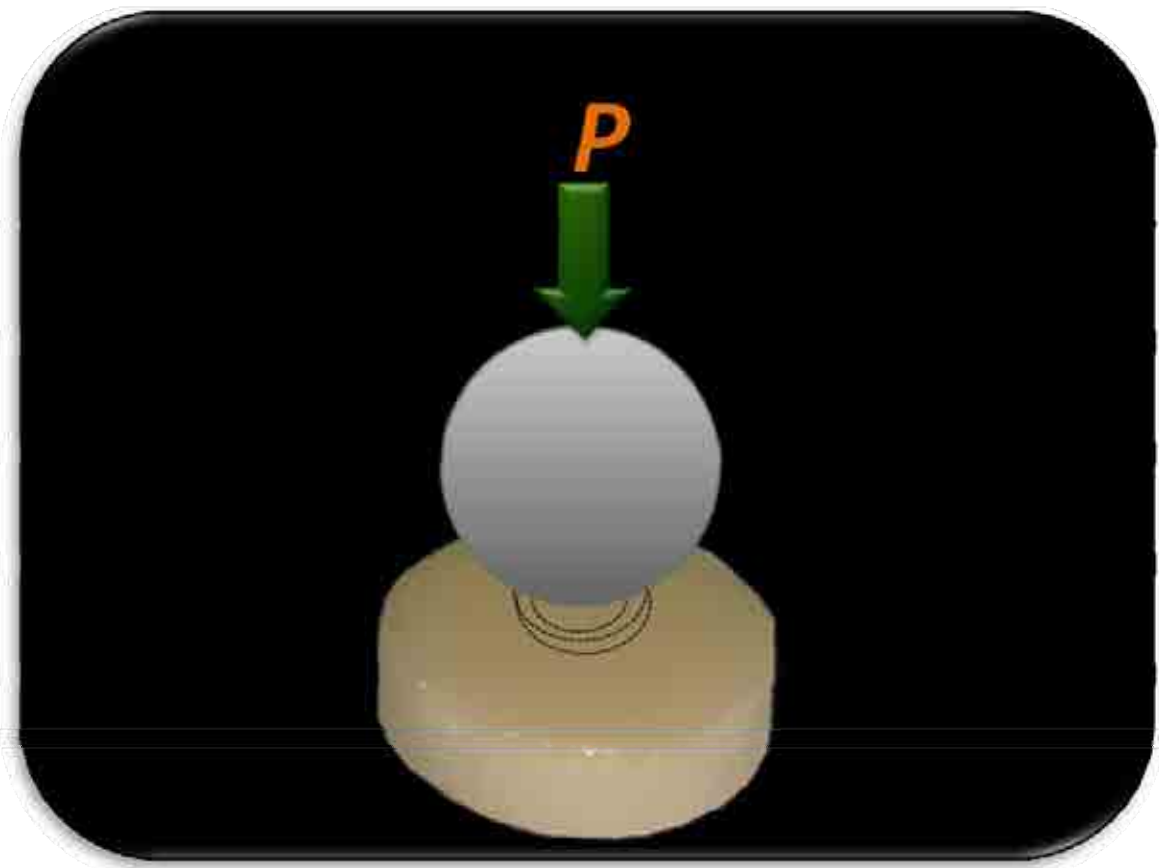
La reconstrucción tomográfica facilitó el estudio de la porcelana con opacidad característica, permitiendo caracterizar los daños al interior de ésta y la observación de la trayectoria de la grieta en el caso de la tomografía asistida por FIB, en donde se produjo una desviación en la vecindad de las partículas leucita debido a los esfuerzos residuales de compresión. Por tanto, la distribución de las partículas de leucita podría ser la causa de mejora de la tenacidad de fractura de estos materiales.

5.5. Referencias

- [1] Lawn BR. Indentation of ceramics with spheres: A century after Hertz. *Journal of the American Ceramic Society* 1998;81(8):1977–94.
- [2] Cesar PF, Soki FN, Yoshimura HN, Gonzaga CC, Styopkin V. Influence of leucite content on slow crack growth of dental porcelains. *Dental Materials* 2008;24:1114–22.
- [3] Pharr GM. Measurement of mechanical properties by ultra-low load indentation. *Materials Science and Engineering* 1998;A253:151-9.
- [4] Assmann S, Ermrich M, Kunzmann K. High-temperature X-ray diffraction analysis of a low-fusing dental ceramic. *Journal of Materials Science* 2001;36:5403 - 06.
- [5] Carty WM, Senapati U. Porcelain-raw materials, processing, phase evolution, and mechanical behavior. *Journal of the American Ceramic Society* 1998;81(1):3–20.
- [6] Lee H-H, Song Y-H. Hardness and elastic modulus of leucite particle and glass matrix in dental porcelain. *Journal Dental Research* 2003;82B:123.
- [7] Rosa V, Cesar PF, Sarmiento Pereira CF, Pinto MM, Yoshimura HN. Effect of test environment and microstructure on the flexural strength of dental porcelains. *Journal of Prosthodontics* 2011;20:275–9.
- [8] Cesar PF, Yoshimura HN, Miranda Júnior WG, Okada CY. Correlation between fracture toughness and leucite content in dental porcelains. *Journal of Dentistry* 2005;33:721–9.
- [9] Peterson IM, Pajares A, Lawn BR, Thompson VP, Rekow ED. Mechanical characterization of dental ceramics by Hertzian contacts. *Journal of Dental Research* 1998;77(4):589–602.

- [10] Kim J-W, Kim J-H, Janal MN, Zhang Y. Damage maps of veneered zirconia under simulated mastication. *Journal of Dental Research* 2008;87(12):1127–32.
- [11] Kelly JR. Clinically relevant approach to failure testing of all-ceramic restorations. *The Journal of Prosthetic Dentistry* 1999;81(6):652–61.
- [12] Zhou ZR, Zheng J. Tribology of dental materials: a review. *Journal of Physics D: Applied Physics* 2008;41(113001):1–22.
- [13] Kim J-W, Kim J-H, Thompson VP, Zhang Y. Sliding contact fatigue damage in layered ceramic structures. *Journal of Dental Research* 2007;86(11):1046–50.
- [14] Lawn BR, Deng Y, Thompson VP. Use of contact testing in the characterization and design of all-ceramic crownlike layer structures: A review. *The Journal of Prosthetic Dentistry* 2001;86:495–510.
- [15] Qasim T, Bush MB, Hu X-Z. The influence of complex surface geometry on contact damage in curved brittle coatings. *International Journal of Mechanical Sciences* 2006;48:244–8.
- [16] Kocer C, Collins RE. Angle of Hertzian cone cracks. *Journal of the American Ceramic Society* 1998;81(7):1736–42.
- [17] Oliver WC, Pharr GM. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of Materials Research* 2004;19(1):3–20.

Capítulo 6



**Comportamiento de la porcelana dental
feldespática frente al contacto estático y
cíclico en aire y saliva**

En éste capítulo se estudió la fatiga por contacto Hertziano en la porcelana bajo cargas estáticas (corrosión bajo tensión) y cargas cíclicas. Esta caracterización se realizó evaluando la sensibilidad del daño en aire y en saliva artificial, con el fin de obtener un mayor acercamiento a las condiciones encontradas en la cavidad oral.

6.1. Corrosión bajo tensión en condiciones de contacto estático en aire

La Figura 1 muestra la aparición del daño como una función del tiempo bajo ensayos de contacto estático en aire a cargas constantes aplicadas P_{max} , por debajo de la $P_{rc}=70N$.

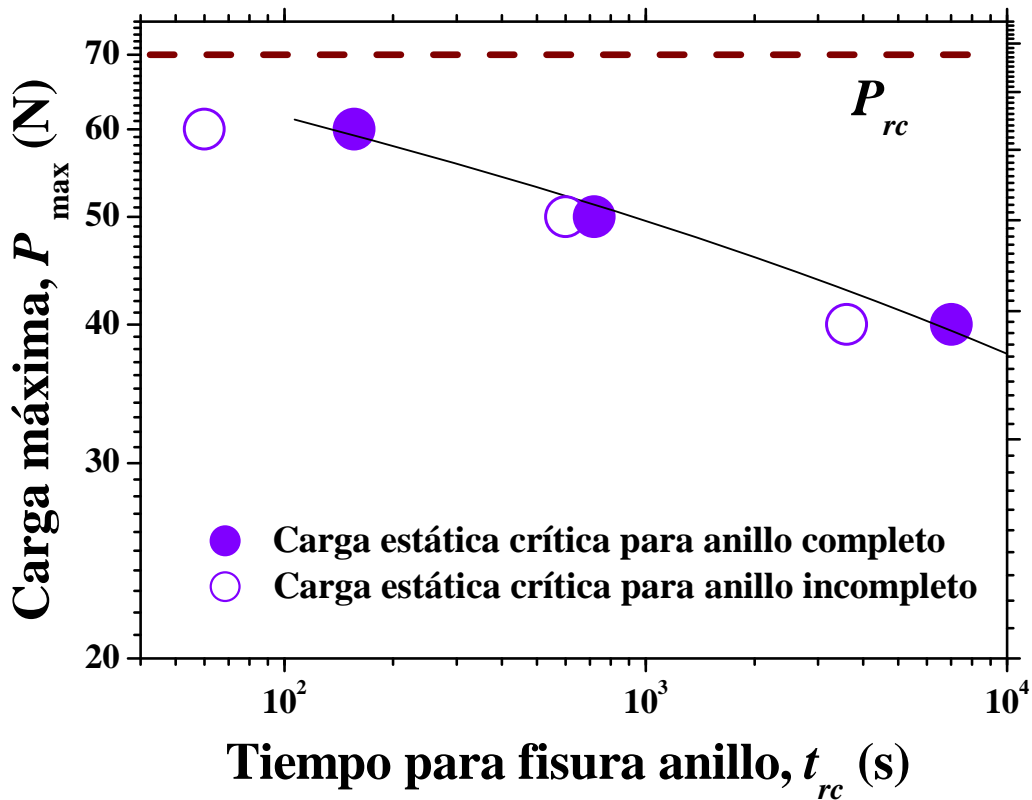


Figura 1. Tiempo de formación de la grieta anillo bajo cargas estáticas en aire. Los círculos llenos indican la formación del anillo completo y los círculos abiertos indican la formación del anillo incompleto. Las barras de error t_{rc} :~5%, son similares al tamaño de los símbolos de los datos.

Desde esta figura es posible observar que el material es sensible a la corrosión bajo tensión siempre que se encuentre en presencia de agua, dado que la grieta anillo completa aparece para valores de P_{max} menores que P_{rc} .

Adicionalmente, en la Figura 1 se observa algunas cargas donde la grieta anillo no está totalmente formada (círculos abiertos), por lo tanto, de acuerdo al criterio de daño seleccionado (anillo completo o anillo incompleto) la aparición de un primer daño en la porcelana ocurre a menores valores respecto a lo especificado anteriormente (círculo completo). De igual manera, a bajas cargas aplicadas el tiempo de contacto requerido para la formación de la grieta incrementa hasta formar el anillo completo (daño crítico).

El crecimiento de la grieta como una función del tiempo (dc/dt) bajo carga estática está relacionada con el factor de intensidad de tensiones K_I , a través de:

$$\frac{dc}{dt} = v_0 \left(\frac{K_I}{K_{Ic}} \right)^n, K_I < K_{Ic} \quad (1)$$

Donde v_0 es una constante dependiente del material, K_{Ic} es la tenacidad de fractura del recubrimiento y n es el exponente de velocidad de la grieta [1-7].

En el caso de carga por contacto, K_I no es trivial debido a las altas variaciones del campo de tensiones. La relación entre la máxima carga crítica y el tiempo de formación de la grieta ha sido desarrollado por Pavón *et al* asumiendo que la grieta anillo coalesce desde las diferentes microgrietas pre-existentes [5]:

$$P^{2n/3} t_{rc} = cte \quad (2)$$

Calculando la pendiente de la curva en la Figura 1, se obtuvo el valor de $n = 18$. Este valor está contenido en el rango de valores del exponente de corrosión bajo tensión en cerámicos reportado previamente en la literatura de 9 a 60 [5,8].

La Figura 2, muestra las imágenes de la grietas anillo completas e incompletas de cada uno de los puntos indicados en la Figura 1. Estas grietas son similares a las obtenidas por contacto monotónico pero bajo cargas menores y tiempos prolongados.

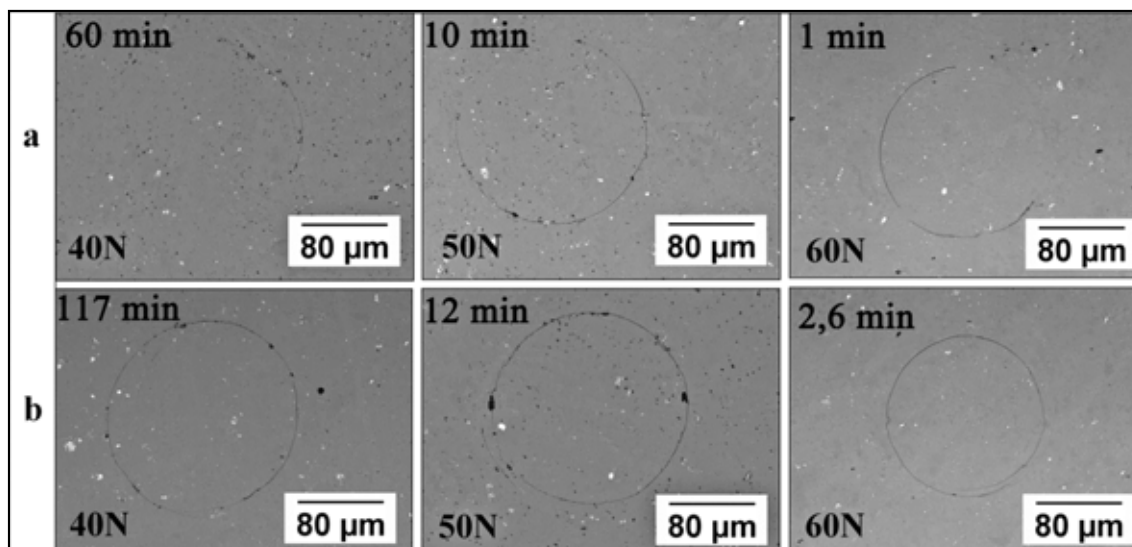


Figura 2. Imágenes de la grieta anillo obtenidas bajo contacto estático en aire. a) Anillo incompleto respecto a la carga indicada en cada imagen y b) Anillo completo respecto a la carga indicada en cada imagen.

6.2. Contacto Hertziano cíclico en aire y saliva artificial

Los ensayos cíclicos en aire y en saliva artificial se realizaron para determinar el número de ciclos para la formación de la grieta anillo (N_{rc}). La Figura 3, muestra una tendencia similar a los ensayos estáticos lo cual indica que el recubrimiento es sensible a las cargas cíclicas. También se observa que la respuesta al daño es mayor en presencia de saliva artificial. Es importante recordar que cuando se realiza un ensayo cíclico, tanto la corrosión bajo tensión como la fatiga están actuando al mismo tiempo. Lógicamente, en presencia de saliva artificial, la corrosión bajo tensión es más pronunciada debido al ambiente húmedo.

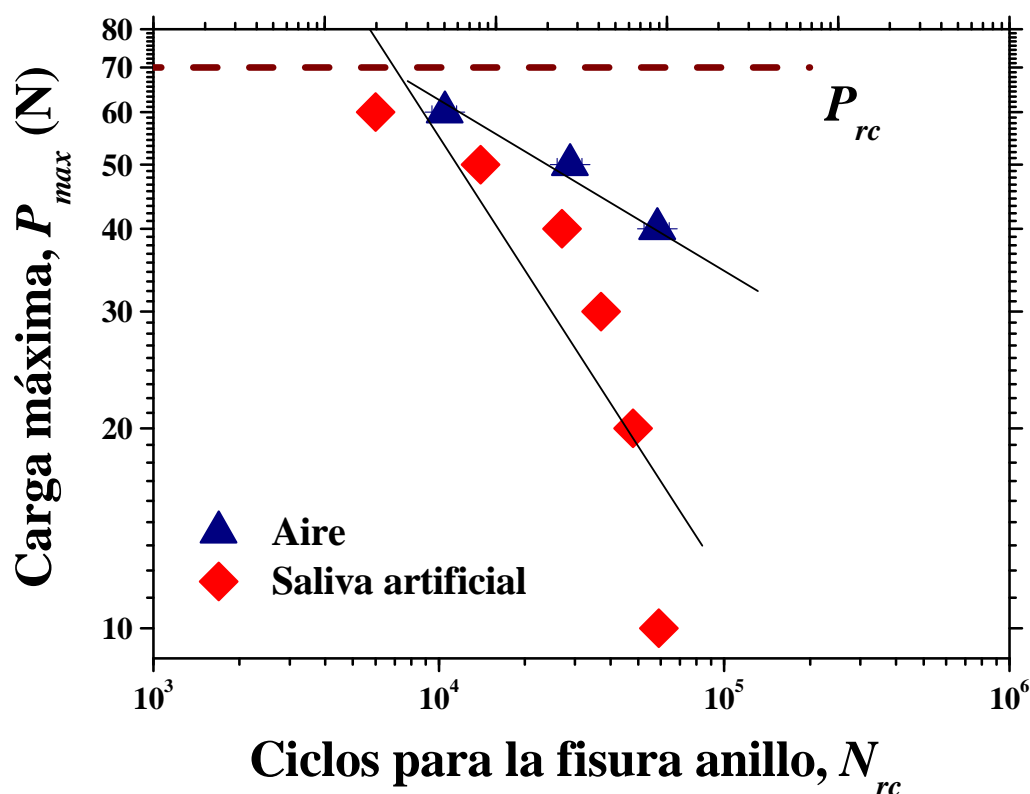


Figura 3. Ciclos de formación de la grieta anillo bajo ambientes de aire y saliva artificial. Las barras de error t_{rc} :~5%, son similares al tamaño de los símbolos de los datos.

Para observar la evolución del daño en aire y en saliva artificial, se aplicó una carga constante de 50N con incremento en el número de ciclos más allá de los necesarios para la aparición de los primeros daños. Los resultados se muestran en la Figura 4. En ambos ambientes se observó que el primer daño fue la grieta anillo, aunque en la saliva la grieta apareció antes que en aire.

A medida que el número de ciclos se incrementó, se hicieron evidentes otros daños, especialmente la generación de grietas anillo concéntricas secundarias, las cuales tienden a convertirse en grietas cono, producidas por el fenómeno de bombeo hidráulico [9,10], y las huellas de desgaste producidas por el desajuste elástico entre el material y el indentador. Se observaron pequeñas grietas radiales en algunos casos. Con el aumento del número de ciclos se observaron multi-anillos y una pequeña pérdida de material entre las grietas anillo.

La relación entre la máxima carga crítica y los ciclos de formación de la grieta (N_f) se determina bajo la relación [11]:

$$P_{m\acute{a}x}^{(p+q)/3} N_f = cte \quad (3)$$

Donde el exponente $p+q = m$ se determina de la pendiente de la curva en la Figura 3, obteniéndose un valor igual a 13 [12,11].

Las grietas radiales fueron cortas y no se apreció deformación inelástica apreciable, según observaciones realizadas por microscopía confocal.

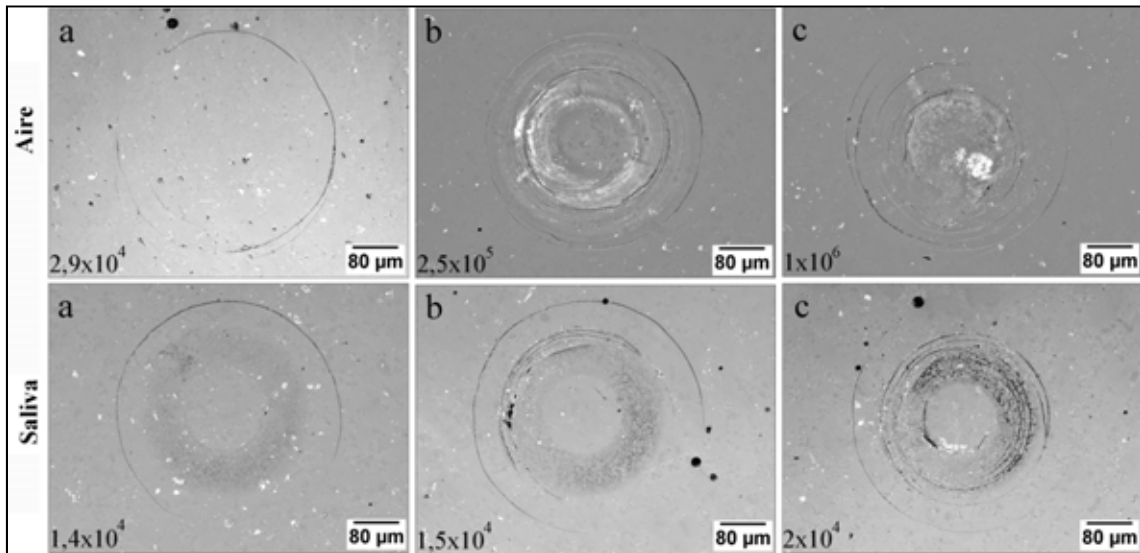


Figura 4. Secuencia de daño de la porcelana feldespática a una carga cíclica constante de 50N en aire y en saliva artificial. a) Grieta anillo, b) Grietas anillo concéntricas secundarias y c) multi-anillos, incluyendo grietas interiores debidas a bombeo hidráulico.

6.3. Discusión

El daño en un ambiente de saliva artificial apareció más pronto que en aire, tal como se muestra en la Figura 4, debido a la corrosión bajo tensión en ambiente húmedo.

Una vez realizados los ensayos de contacto estático y cíclico, es necesario averiguar si hay una degradación real por la carga cíclica o bien todos los resultados se pueden atribuir a la corrosión bajo tensión de la fase vítrea. El efecto de la corrosión bajo tensión para la fatiga puede explicarse siguiendo el trabajo de Evans y Fuller [1], asumiendo que:

- La falla bajo carga cíclica se debe a la misma población de defectos y al mecanismo de crecimiento de la fisura presente bajo carga estática.
- Las cargas/descargas en los ensayos de contacto Hertziano simulan una serie de pequeños incrementos de carga constante.
- Las cargas compresivas no inducen el crecimiento de la grieta.

Entonces, de la ecuación 1 se obtiene el crecimiento de la grieta durante un ciclo de carga por integración de la función, $1/f$, donde f es la frecuencia de la carga cíclica:

$$\frac{dc}{dN} = \int_0^{1/f} v_0 \left(\frac{K_I}{K_{Ic}} \right)^n dt \quad (4)$$

Con los supuestos anteriores, se demuestra que

$$\frac{t_c}{t_s} = h^{-1}(n, P_{max}, R_e) \quad (5)$$

Donde t_c y t_s son los tiempos de crecimiento de la grieta hasta alcanzar cierta longitud (formación de la grieta anillo) bajo carga cíclica y estática, respectivamente, $h(n, P_{max}, R_e)$ es una función que depende de la forma de la onda para la carga cíclica, n es el exponente de velocidad de la grieta bajo carga estática y R_e el radio de carga.

Entonces, para $R = 0.1$, el intervalo de P_{max} utilizado y $n = 18$, se obtuvo $h = 0.1$. De la ecuación (3) la relación entre los tiempos para la formación de la grieta anillo es:

$$t_c \approx 10t_s \quad (6)$$

Finalmente, la ecuación (6) se utilizó para graficar la curva de predicción del tiempo de la Figura 5. Experimentalmente el tiempo para la formación de la grieta anillo bajo cargas cíclicas se calculó con la expresión:

$$t_{fcic=N/f} \quad (7)$$

En esta figura puede observarse que la curva experimental obtenida bajo carga cíclica está por debajo de la curva teórica, indicando que el daño crítico se alcanzó antes de lo esperado, por lo tanto, la corrosión bajo tensión no fue el único mecanismo presente, aunque sí el principal. A pesar de que la corrosión bajo tensión es el mecanismo que conduce a la degradación, la fatiga mecánica esta también contribuyendo al mecanismo de daño.

Para comprobar si había diferencias en la fractura entre la carga estática y cíclica, se visualizó la morfología de una grieta anillo en aire y en saliva. La Figura 6, muestra las imágenes de las grietas anillo obtenidas en aire bajo contacto estático durante 2.6 min y en saliva artificial bajo carga cíclica durante 6000 ciclos, a una carga constante de $P = 60N$ para ambas situaciones.

Adicionalmente, tal y como se presenta en la Figura 6, los ensayos cíclicos bajo saliva artificial provocaron una temprana aparición de las grietas en las muestras. Se observa como la trayectoria de la grieta es ligeramente más tortuosa indicando que los ensayos cíclicos producen una degradación del material, probablemente debido al relativo movimiento entre las caras de la grieta y la posible interacción entre las partículas de leucita y la punta de la grieta.

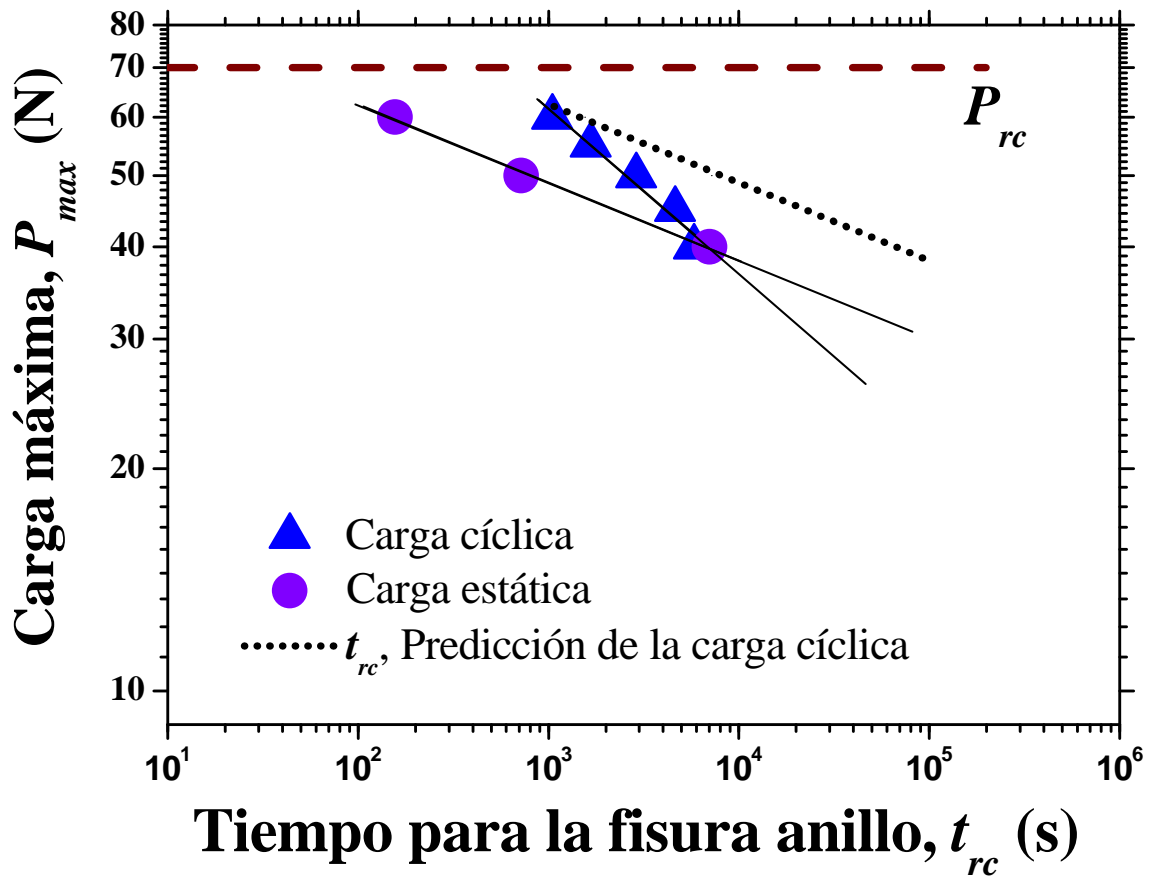


Figura 5. Comparación del tiempo para la grieta anillo en aire bajo cargas estáticas y cíclicas, incluyendo la predicción del tiempo para la falla bajo cargas cíclicas. Las barras de error de t_{rc} : ~5%, son de tamaño similar a los símbolos de los datos.

Por otra parte, durante la carga cíclica a un alto número de ciclos aparecieron grietas anillo interiores. Estas grietas como producidas por cargas cíclicas se deben al fenómeno de bombeo hidráulico de fluidos al interior de un material debido a la fluctuación de los campos de esfuerzo comprensivos a esfuerzos tensiles cuando la carga es cíclica, tal como lo describe Lawn *et al* [9,10] para otros materiales frágiles.

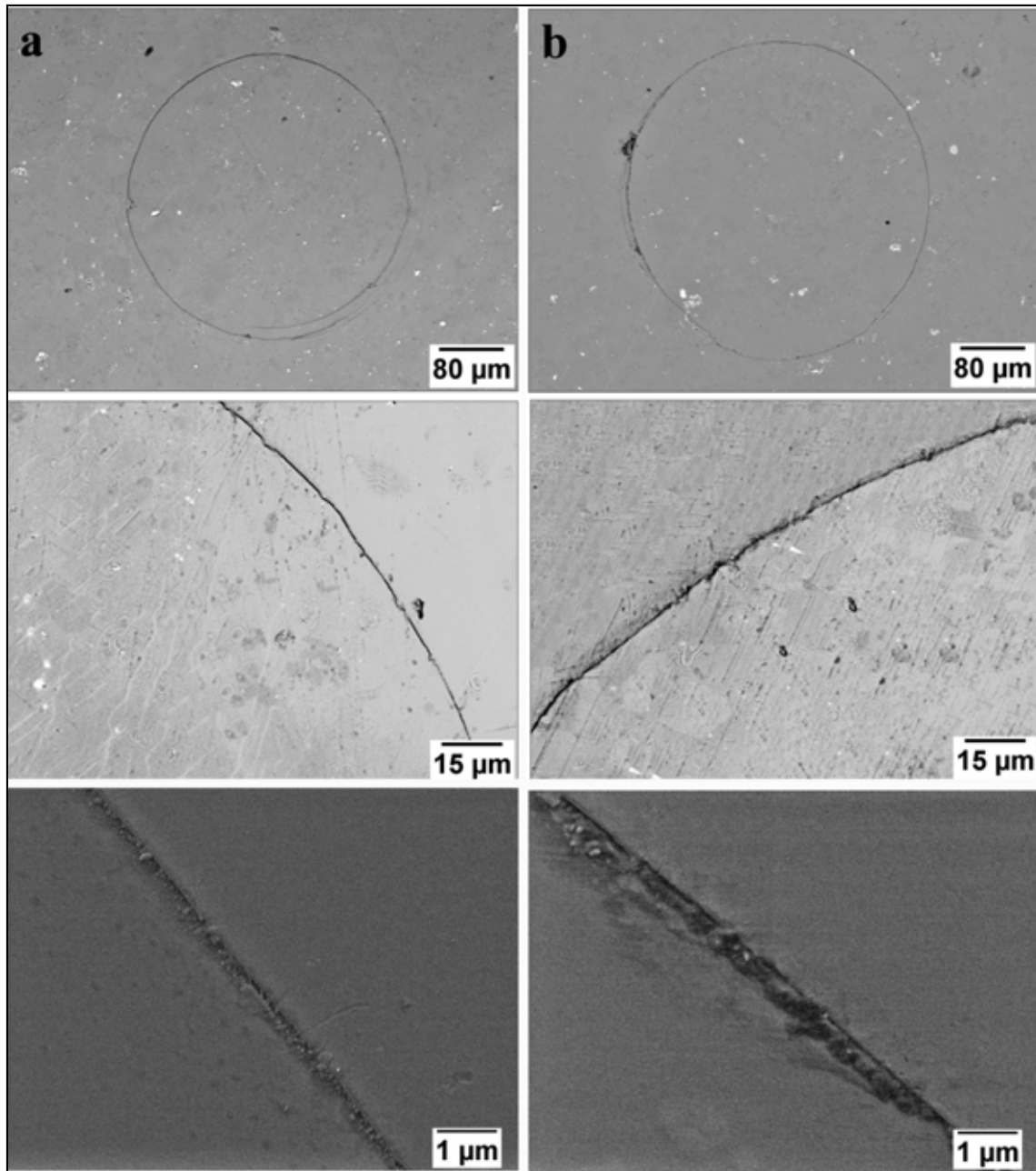


Figura 6. *Imágenes confocal y MEB mostrando los detalles de una grieta anillo en el recubrimiento: (a) carga estática en aire y (b) carga cíclica en saliva artificial.*

Después de estos resultados es posible estimar el tiempo de vida de estos materiales bajo condiciones reales. En primer lugar, aunque a bajos tiempos el mecanismo de corrosión bajo tensión es el más relevante, para tiempos más largos, la degradación cíclica del material comienza a ser un factor dominante en la producción de la fractura.

Además, tal y como se ha dicho antes, en condiciones cíclicas algunas grietas secundarias pueden aparecer pudiendo también ser perjudiciales para la integridad estructural del componente ya que tienen un ángulo mayor que las primeras grietas cono. Por lo tanto, para la estimación de la vida útil de estos materiales se ha elegido la curva obtenida de la carga cíclica bajo saliva artificial.

Otra consideración a tener en cuenta es el hecho de que el ensayo se ha realizado con una esfera de metal duro WC-Co, mientras que en condiciones reales el antagonista al contacto puede ser comida, dientes u otras prótesis dentales que tienen un menor módulo elástico que el indentador utilizado. Esta diferencia en el módulo elástico provoca una diferencia en la carga crítica necesaria para la aparición de grietas. Si la fricción entre el indentador y el material se supone que es bajo debido a la presencia de un fluido, y que la población de defectos es similar, la grieta anillo se producirá por una tensión crítica (σ_{tm}) producida a lo largo del perímetro de contacto:

$$\sigma_{tm} = \frac{1}{2}(1 - 2\nu) p_0 \quad (8)$$

Este esfuerzo es proporcional a la medida de presión entre el indentador y el material (p_0):

$$p_0 = \frac{P}{\pi a^2} = \frac{1}{\pi} \left(\frac{4}{3}\right)^{2/3} \left(\frac{E_{eff}}{R}\right)^{2/3} P^{1/3} \quad (9)$$

Donde a es el radio de contacto y E_{eff} es el módulo efectivo entre la muestra y el indentador el cual se define como:

$$\frac{1}{E_{eff}} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \quad (10)$$

El módulo de Young (E) y Poisson (ν) utilizado para la porcelana fue 72GPa y 0.18, del diente 90 GPa y 0.3, de la comida 1GPa y 0.18 y del indentador 540GPa y 0.21 respectivamente siendo R_e igual 2.5 mm.

Con estas relaciones, se observa que si la carga de contacto se produce entre dos prótesis, la presión de contacto para cargas de masticación entre 40 y 250N [13] está

entre 797 y 1469MPa, que es significativamente menor que la presión de contacto de un indentador de WC-Co (1166-2148MPa para las mismas cargas). Si el contacto se produce entre un diente natural y una prótesis, el rango de cargas de contacto está entre 3 y 364N y la presión de contacto es de 367 a 1819MPa.

En la Figura 7 se presenta la presión de contacto contra el número de días, incluyendo los puntos experimentales y el ajuste obtenido. Considerando que el número de ciclos de masticación por día es de aproximadamente 800-1400 [14] y las presiones de contacto anteriormente estimadas, en las cuales el tiempo de vida para una prótesis que está en contacto con dientes o prótesis oscila entre 1 y 4 años, mientras que en el caso de contacto con un material más blando el tiempo de vida estimado es mucho mayor que el promedio de vida de una persona dado que las presiones oscilarían entre 30 y 151 MPa, para un promedio $2 \cdot 10^6$ a $4 \cdot 10^6$ años, claramente un criterio de vida infinita para el material.

Sin embargo, los fallos de entre 1 y 4 años están de acuerdo con datos clínicos reportados por diferentes autores [15-22].

Por lo tanto, los fallos clínicos para los recubrimientos de porcelana dental sobre circona pueden ser atribuidos a las cargas de contacto cíclico que el material sufre contra otro diente o prótesis, como es el caso de situaciones de bruxismo, padecido por un 5-20% de la población [23].

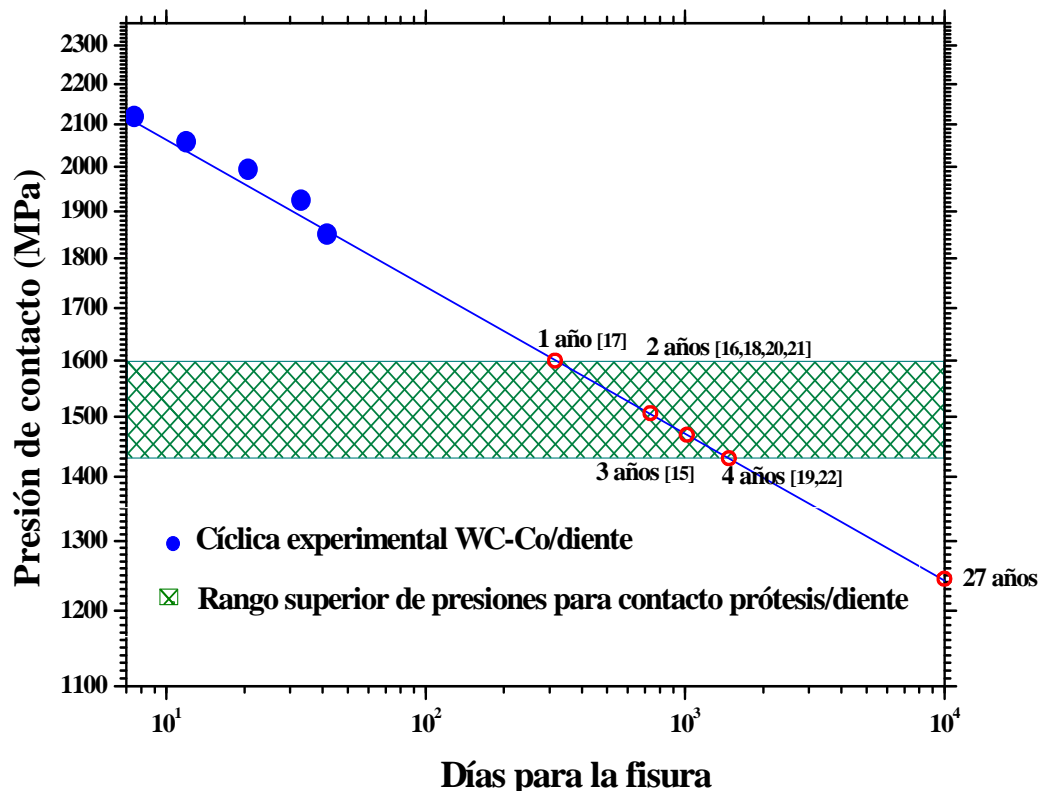


Figura 7. Tiempo de vida de una prótesis bajo contacto diente/diente. El área sombreada muestra el rango superior de presiones a las cuales puede fallar una prótesis, resaltando un período de vida de 1 a 4 años que ha sido confirmado por las referencias bibliográficas señaladas en la misma gráfica.

En ausencia de bruxismo, la carga de contacto cíclico contra la comida no produce un daño significativo en el material, y puede ser descartado como una fuente de fallo. En el caso de bruxismo, es recomendable proteger la prótesis de las cargas cíclicas mediante el uso frecuente por ejemplo, de una férula dental.

6.4. Conclusiones

Los ensayos de contacto estático permitieron evaluar la corrosión bajo tensión en presencia de aire.

Los ensayos de contacto cíclico en presencia de aire y saliva artificial confirmaron la influencia del medio frente a la respuesta al daño, observándose que en presencia de un medio acuoso la fatiga reacciona más pronto.

Bajo ensayos cíclicos sólo se observó grietas anillo y cono en el recubrimiento.

Las microgrietas en el interior del recubrimiento promueven la degradación del material.

La corrosión bajo tensión es el mecanismo principal que conduce a la degradación, sin embargo, la fatiga mecánica esta también contribuyendo al mecanismo de daño.

Mediante las cargas reportadas en la literatura para el contacto realista diente-prótesis, se estimó el tiempo promedio hasta el fallo de las prótesis de aproximadamente 1-4 años. Este tiempo coincide con datos clínicos reportados. Las actividades parafuncionales como el bruxismo tienden a generar fatiga por contacto, por lo que gran cantidad de casos de fallo podrían estar asociados con éste.

6.5. Referencias

- [1] Evans AG, Fuller ER. Crack propagation in ceramics materials under cyclic loading conditions. *Metallurgical Transactions* 1974;5(1):27–33.
- [2] Munz D, Fett T. *Ceramics. Mechanical properties, failure behaviour, materials selection*. Editorial Springer, New York, USA, 1999.
- [3] Jiménez-Piqué E, Ceseracciu L, Chalvet F, Anglada M, Portu G. Hertzian contact fatigue on alumina/alumina-zirconia laminated composites. *Journal of the European Ceramic Society* 2005;25:3393–401.
- [4] Lee C-S, Kim DK, Sánchez J, Miranda P, Pajares A, Lawn BR. Rate effects in critical loads for radial cracking in ceramic coatings. *Journal of the American Ceramic Society* 2002;85(8):2019–24.
- [5] Pavón J, Jiménez-Piqué E, Anglada M, López-Esteban S, Saiz E, Tomsia AP. Stress – corrosion cracking by indentation techniques of a glass coating on Ti6Al4V for biomedical applications. *Journal of the European Ceramic Society* 2006;26:1159–69.
- [6] Cesar PF, Soki FN, Yoshimura HN, Gonzaga CC, Styopkin V. Influence of leucite content on slow crack growth of dental porcelains. *Dental Materials* 2008;24:1114–22.
- [7] Wachtman JB, Cannon WR, Matthewson MJ. *Mechanical properties of ceramics*. Editorial Wiley, New Jersey, USA, 2009.
- [8] Evans AG, Fuller ER. Crack propagation in ceramics materials under cyclic loading conditions. *Metallurgical Transactions* 1974;5(1):27–33.
- [9] Chai H, Lawn BR. Hydraulically pumped cone fracture in brittle solids. *Acta Materialia* 2005;53:4237–44.

- [10] Chai H, Lawn BR. Hydraulically pumped cone fracture in bilayers with brittle coatings. *Scripta Materialia* 2006;55:343–6.
- [11] Pavón J, Jiménez-Piqué E, Anglada M, Saiz E, Tomsia AP. Monotonic and cyclic Hertzian fracture of a glass coating on titanium-based implants. *Acta Materialia* 2006;54:3593–603.
- [12] Ritchie RO. Mechanisms of fatigue-crack propagation in ductile and brittle solids. *International Journal of Fracture* 1999;100:55–83.
- [13] Kim J-W, Kim J-H, Thompson VP, Zhang Y. Sliding contact fatigue damage in layered ceramic structures. *Journal of Dental Research* 2007;86(11):1046–50.
- [14] Kelly JR. Ceramics in restorative and prosthetic dentistry. *Annual Review of Materials Research* 1997;27:443–68.
- [15] Sailer I, Fehér A, Filser F, Gauckler LJ, Lüthy H, Hämmerle CH. Five-year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures. *The International Journal of Prosthodontics* 2007;20(4):383–8.
- [16] Vult Von Steyern P, Carlson P, Nilner K. All-ceramic fixed partial dentures designed according to the DC-Zirkon technique. A 2-year clinical study. *Journal of Oral Rehabilitation* 2005;32:180–7.
- [17] Guess PC, Att W, Strub JR. Zirconia in fixed implant prosthodontics. *Clinical Implant Dentistry and Related Research* 2012;14(5):633–45.
- [18] Lawn BR, Deng Y, Thompson VP. Use of contact testing in the characterization and design of all-ceramic crownlike layer structures: A review. *The Journal of Prosthetic Dentistry* 2001;86(5):495–510.
- [19] Peterson IM, Pajares A, Lawn BR, Thompson VP, Rekow ED. Mechanical characterization of dental ceramics by Hertzian contacts. *Journal of Dental Research* 1998;77(4):589–602.

- [20] Komine F, Blatz MB, Matsumura H. Current status of zirconia-based fixed restorations. *Journal of Oral Science J Oral Sci* 2010;52(4):531–9.
- [21] Coelho PG, Silva NR, Bonfante EA, Guess PC, Rekow ED, Thompson VP. Fatigue testing of two porcelain-zirconia all-ceramic crown systems. *Dental Materials* 2009;25:1122–7.
- [22] Della Bona A, Kelly JR. The clinical success of all-ceramic restorations. *The Journal of the American Dental Association* 2008;139:8–13.
- [23] Vallejo Bolaños E, González Rodríguez R, Del Castillo S. El bruxismo infantil. *Odontología Pediátrica* 2002;10(3):135–41.

Capítulo 7



Efecto de la adición de segundas fases sobre las propiedades mecánicas de la porcelana feldespática VITA-VM9

Una vez realizada la caracterización de daño por contacto de la porcelana feldespática, e identificados los daños obtenidos, se procedió a realizar la adición de segundas fases a la porcelana utilizando polvos de 3Y-TZP y SiO₂ en diferentes porcentajes con el objeto de mejorar la resistencia al contacto de estos materiales.

La adición de segundas fases fácilmente accesibles para un laboratorio protésico, permite modificar u obtener nuevos compuestos sin necesidad de grandes cambios en la metodología o infraestructura.

El contacto Hertziano y la técnica de nanoindentación permitió determinar el efecto de las segundas fases respecto a sus propiedades y los porcentajes requeridos para aumentar su resistencia mecánica sin sacrificar sus propiedades estéticas.

7.1. Observación visual

Después de obtener los nuevos recubrimientos (0.1, 1, 4 y 8% de 3Y-TZP y SiO₂ adicionados respectivamente a la porcelana VITA-VM9) se procedió a la aplicación de éstas sobre el sustrato de circona y a su sinterización siguiendo el procedimiento indicado anteriormente en el Capítulo 3.

A continuación, se realizó una caracterización visual para observar el cambio de color en las porcelanas obtenidas respecto a VITA-VM9 pura, considerada como la porcelana de referencia. La Figura 1 muestra los recubrimientos obtenidos así como la referencia VITA-VM9, dónde se observa que en las muestras con adición de circona (3Y-TZP) como segunda fase, el aumento de la concentración condujo a un cambio progresivo de color con tendencia al blanco puro disminuyendo de esta manera su translucidez. Por otro lado, en las muestras con sílice (SiO₂), no se observó un cambio significativo en el color y la translucidez.

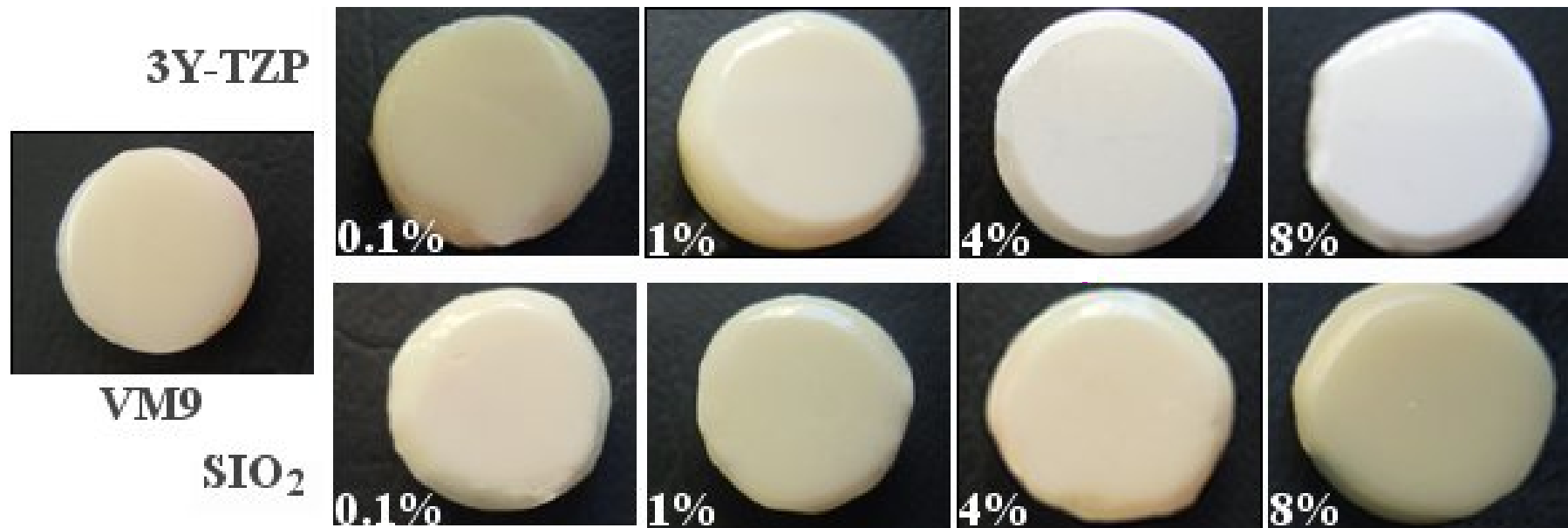


Figura 1. Imagen de las porcelanas obtenidas con la adición de 0.1, 1, 4 y 8% de 3Y-TZP y SiO₂ respectivamente. Con la adición de SiO₂ no se observa cambios significativos de color, mientras que con la adición de 3Y-TZP se pierde translucidez con el aumento del porcentaje añadido.

7.2. Observación microestructural

Se realizó una caracterización microestructural mediante SEM y EDS, tanto en los polvos obtenidos, como en la porcelana sinterizada sobre el sustrato de circona.

En la Figura 2, se observa la microestructura de los polvos con 1% de fase añadida analizadas con SEM. En la porcelana con circona se observaron dos tipos de granos principalmente: un grano de tamaño muy pequeño que tiende a aglomerarse (indicado por flechas, granos de color blanco) y de un diámetro de aproximadamente $1\mu\text{m}$, los cuales se identificaron como granos de circona, el otro grano predominante es de un tamaño de partícula mayor y variable que oscila entre 3 y $15\mu\text{m}$ (granos de color gris) identificados como los granos de VM9.

En la porcelana con sílice, fue difícil distinguir la segunda fase por su similitud en contraste con la matriz de VM9. Por tanto, no parece haberse formado aglomeración de partículas.

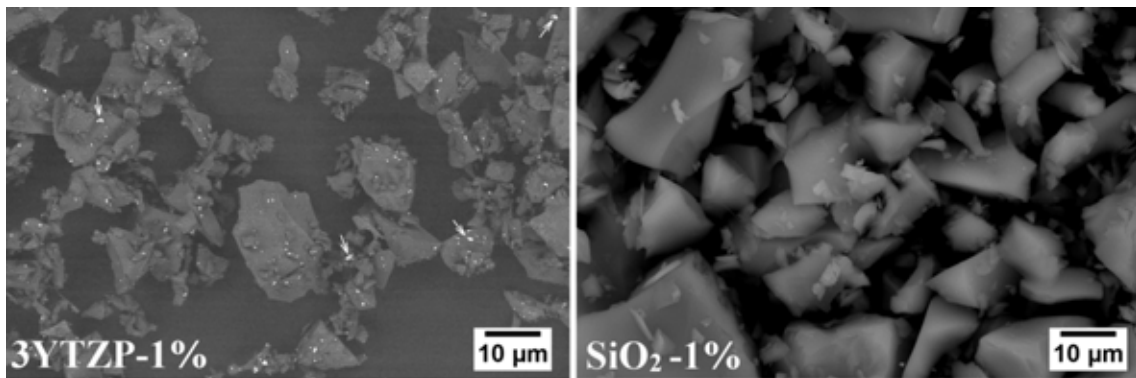


Figura 2. Imagen SEM de los polvos con 1% de segunda fase de 3Y-TZP y de SiO_2 . Los granos de la segunda fase están indicados con flechas.

A continuación se realizó un corte transversal en las muestras sinterizadas tal y como se observa en las Figuras 3 y 4, para visualizar nuevamente la distribución de las partículas, además de la porosidad y la adherencia del recubrimiento con el sustrato.

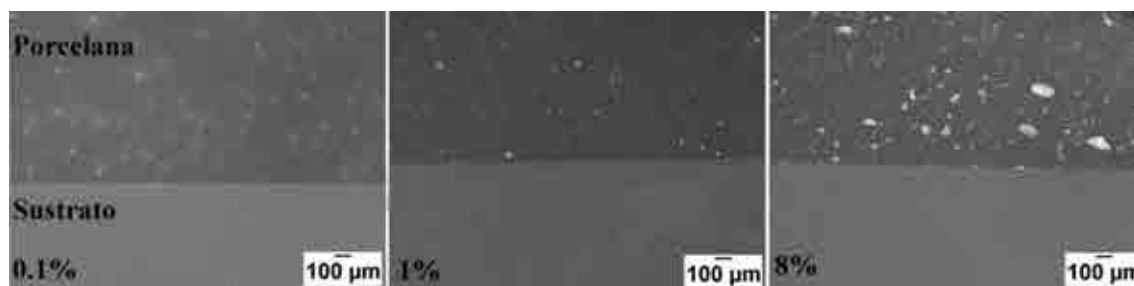


Figura 3. Micrografía del corte transversal de los esmaltes con circona como segunda fase.

En ambas situaciones, no se observaron delaminaciones o grietas interfaciales. La porosidad en las muestras con sílice se mantuvo parecida a la que registra la porcelana de referencia VM9 (Capítulo 5). Así mismo, la distribución de las partículas en las diferentes concentraciones de ésta fue homogénea.

En las muestras con circona se notó un aumento gradual de la porosidad respecto al porcentaje de fase añadido, de igual modo, se observó nuevamente aglomeración y distribución no homogénea de las partículas.

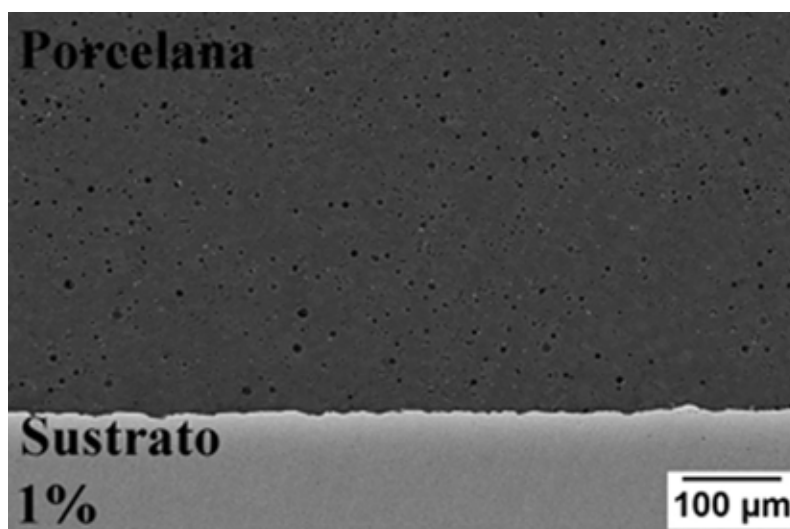


Figura 4. Micrografía del corte transversal de los esmaltes con sílice como segunda fase.

Adicionalmente, en la Figura 5, se observa la XRD de una muestra con 1% de 3Y-TZP realizada para determinar si hubo alguna transformación de fase por parte de la circona

o si se formó algún nuevo compuesto mediante la interacción de las partículas de circonita con la matriz (VM9). Los picos característicos de la leucita fueron tomados de las referencias [1-3].

En la XRD de la Figura 5, se observaron las fases tetragonales de la circonita y la leucita. Por lo que se evidencia que la circonita no sufrió ninguna transformación durante el proceso de obtención de las nuevas formulaciones.

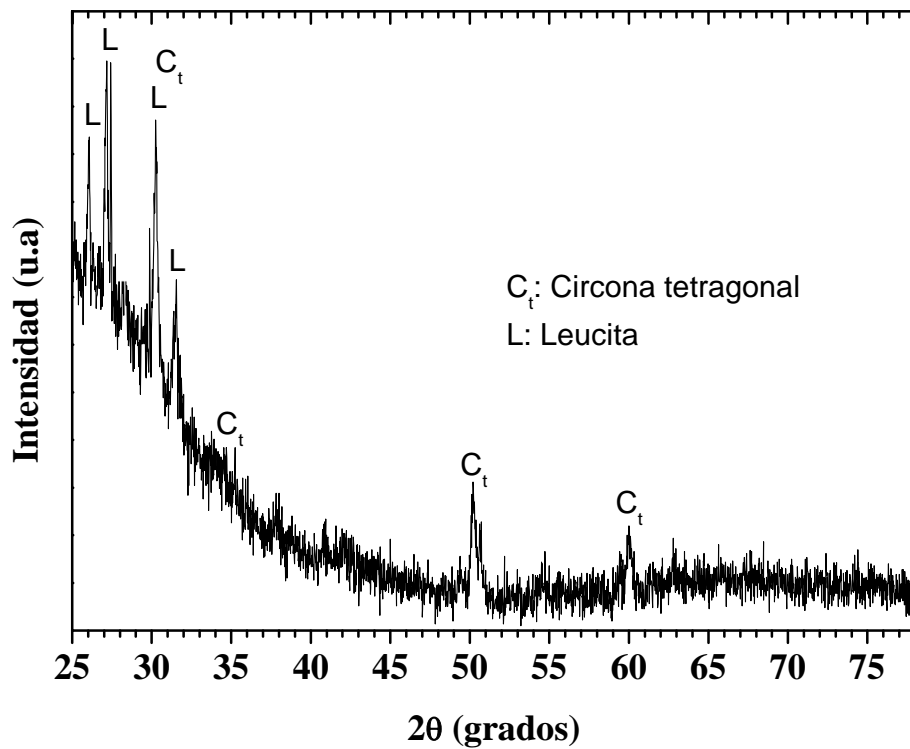


Figura 5. XRD de la porcelana con 1% de circonita añadida donde se observa que la circonita mantiene la fase tetragonal. El aumento de intensidad para pocos grados es debido a la fase vítrea.

7.3. Caracterización de las propiedades mecánicas por nanoindentación

La Tabla 1 presenta las propiedades mecánicas de los esmaltes obtenidas mediante la técnica de nanoindentación instrumentada. En la porcelana con sílice las propiedades sufrieron ligeras variaciones considerándose poco significativas. No obstante, en la porcelana con circona la tenacidad de fractura mostró un incremento hasta 1% de fase añadida, a partir de este porcentaje la tenacidad no cambio significativamente.

Tabla 1. *Propiedades mecánicas de los esmaltes obtenidos.*

Aditivo	% (p/p)	<i>E</i> (GPa)	<i>H</i> (GPa)	<i>K_{Ic}</i> (MPa√m)
VM9	0	72±1	7.3±0.1	0.6±0.1
	0.1	67±1	7.3±0.1	0.7±0.2
	1	73±3	7.4±0.5	0.8±0.1
	4	74±1	7.7±0.1	0.8±0.2
	8	73±2	72±0.3	0.8±0.3
SiO₂	0.1	66±3	6.9±0.4	0.6±0.1
	1	70±2	7.2±0.5	0.6±0.1
	4	70±1	7.5±0.4	0.6±0.1
	8	74±3	7.3±0.9	0.6±0.1

En la Figura 6, se muestra gráficamente la comparación entre los valores de tenacidad de fractura de los esmaltes obtenidos respecto a la referencia VM9. Donde se resalta nuevamente la influencia que tuvo la adición de 3Y-TZP sobre esta propiedad.

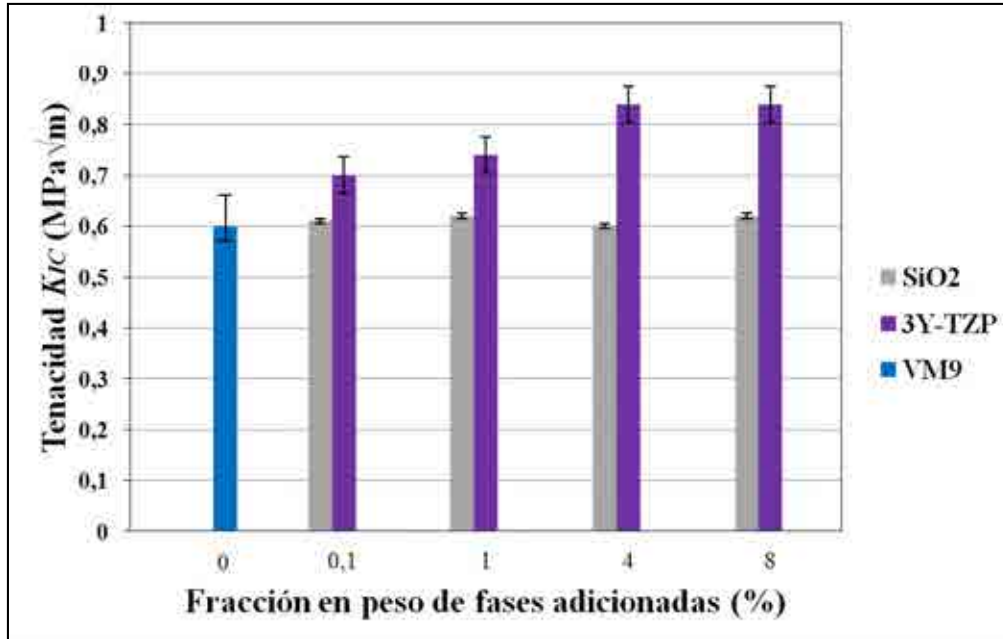


Figura 6. Tenacidad de fractura de las porcelanas obtenidas.

7.4. Contacto Hertziano en aire sobre las porcelanas con adición de circonita

Los ensayos monotónicos y cíclicos se realizaron para determinar la resistencia al contacto de las porcelanas obtenidas bajo cargas puntuales y continuas.

7.4.1. Contacto Hertziano monotónico

En este ensayo se partió de la carga crítica a la cual se formó el anillo completo (70N) en la porcelana de referencia VM9, según los resultados obtenidos en el capítulo 5. En la Figura 7 se registra la fisura anillo producida en los esmaltes con circonita, observándose que a mayor porcentaje de circonita adicionada fué necesario aplicar más carga para alcanzar un daño similar.

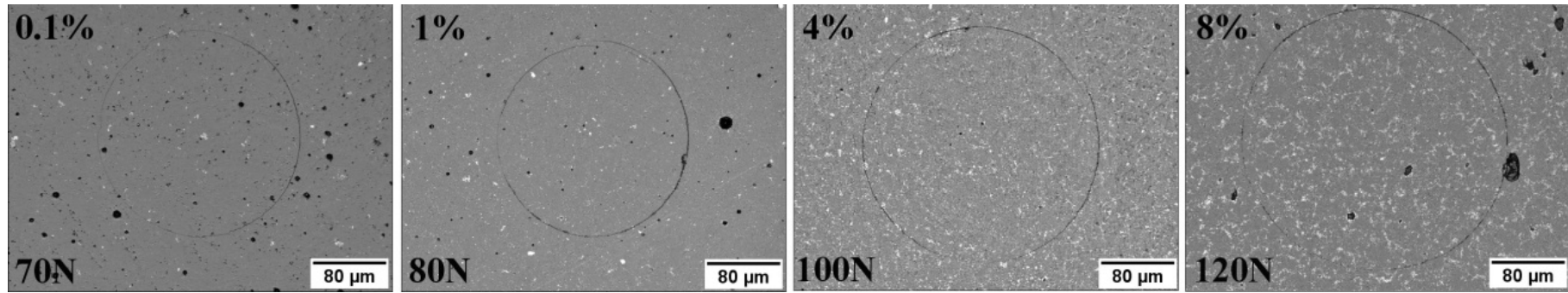


Figura 7. Fisura anillo en porcelanas con 3Y-TZP como segunda fase. Contacto monotónico con esfera de WC-Co y radio R_e 1.25 mm.

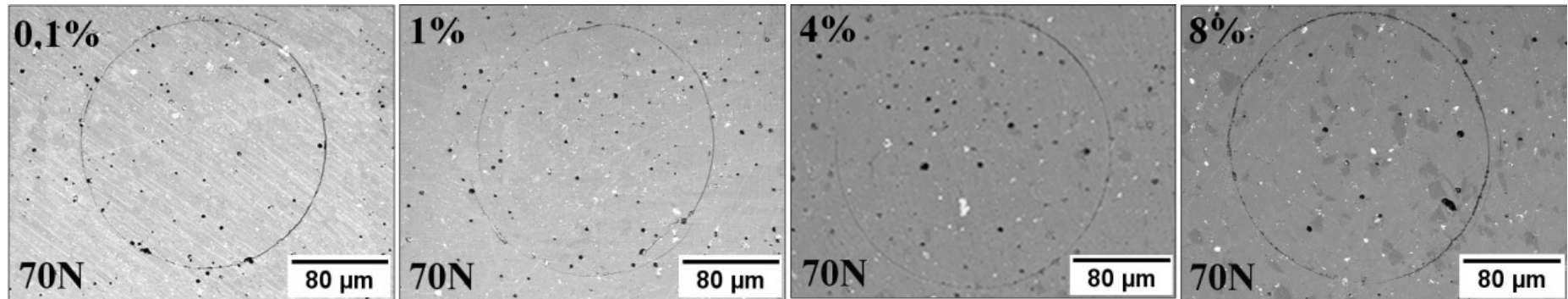


Figura 8. Fisura anillo en porcelanas con SiO₂ como segunda fase. Contacto monotónico con esfera de WC-Co y radio R_e 1.25 mm.

En la Figura 8 se muestra el daño producido en las porcelanas con sílice. Se observó que en las cuatro composiciones estudiadas se formó el anillo completo a la misma carga en que se obtuvo el anillo en la porcelana de referencia, por lo tanto, la resistencia al contacto no mejoró con la adición de esta fase.

En la Figura 9, se compara mediante un gráfico los resultados observados en las Figuras 7 y 8, en donde se observa claramente que la porcelana con circona también mejoró su resistencia al contacto.

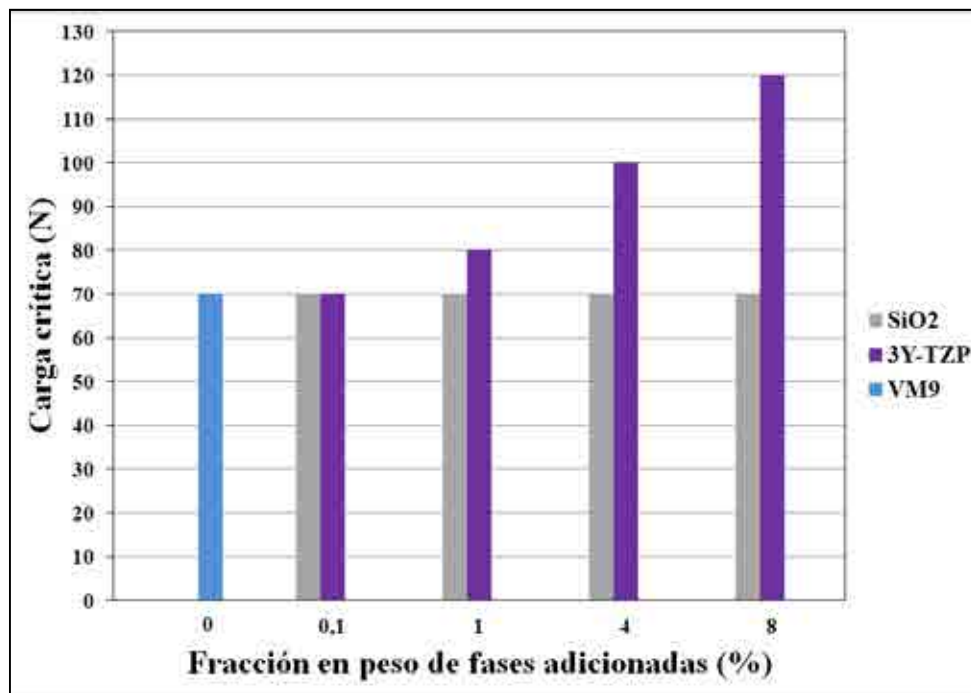


Figura 9. Carga crítica a la cual se obtuvo la fisura anillo en porcelanas con SiO₂ y 3Y-TZP como segunda fase. Contacto monotónico con esfera de WC-Co y radio R_e 1.25 mm. VM9 es la referencia.

7.4.2. Contacto Hertziano cíclico

Los ensayos cíclicos se realizaron en las porcelanas con 1% de circona. En la Figura 10 se muestran los ciclos a los cuales se formó el anillo completo bajo cargas de 40, 50 y 60N respectivamente. Como era de esperarse a menor carga de contacto mayor número

de ciclos para que se forme la fisura, así mismo se observa claramente que la adición de 1% de circona aumentó la resistencia a la fatiga cíclica.

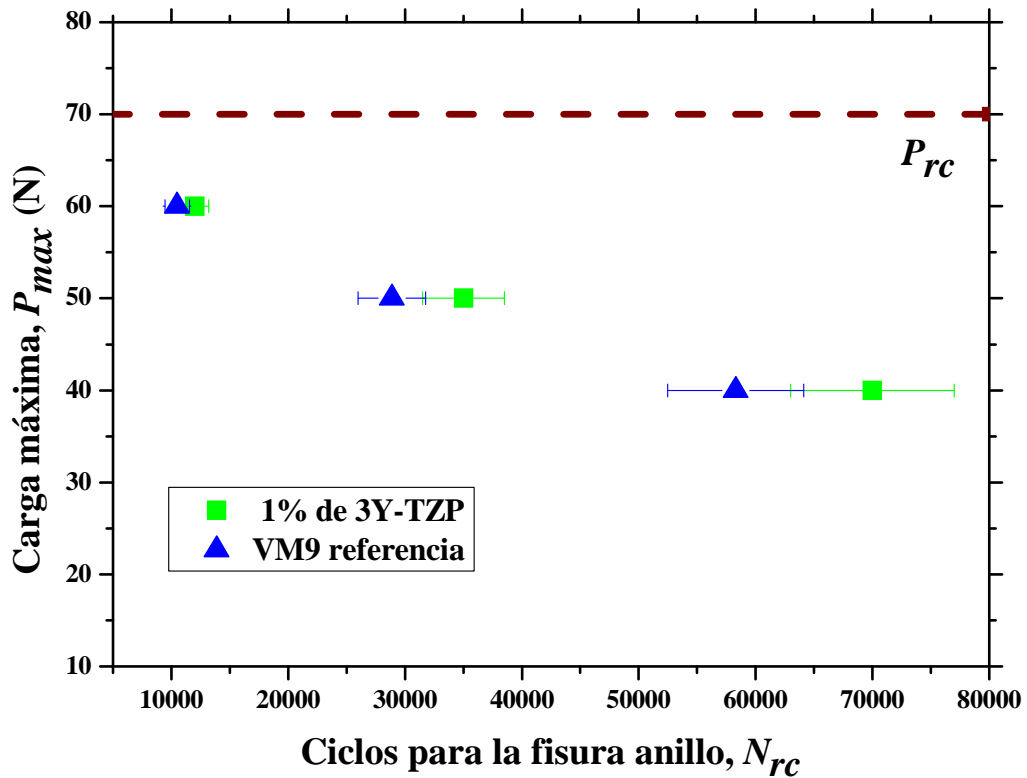


Figura 10. Ciclos para la formación de la fisura anillo en porcelanas con 1% de 3Y-TZP adicionada.

Finalmente, para determinar la morfología de la huella residual se realizó un corte FIB a la muestra con 1% de circona indentada bajo una carga cíclica de 60N. Tal y como se muestra en la Figura 11.

La morfología de la huella obtenida bajo corte FIB no presenta deflexión puesto que a este porcentaje de aditivo no se forman aglomerados lo suficientemente grandes para generar desviación en la huella.

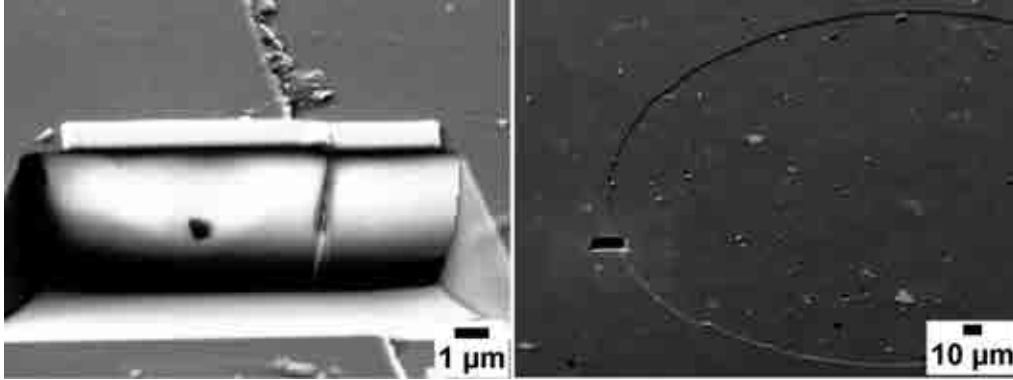


Figura 11. Corte FIB de la huella residual obtenida bajo contacto cíclico de la porcelana con 1% de 3Y-TZP adicionada.

7.4.3. Coloración

Como ya se ha mencionado, las porcelanas con circona perdieron translucidez y con ello apariencia estética. Por lo tanto, se realizó una comparación entre las porcelanas obtenidas respecto a las tablas de medición del color VITA Classical A1D4 de la industria VITA Zahnfabric y mediante la cuantificación de los niveles de color Rojo, Verde y Azul (RVA) a través de un programa de tratamiento de imagen, tal y como se registra en la Figura 12.

En esta figura, se observa el cambio progresivo del color particularmente con la intensidad del azul. Cuando la proporción de circona aumenta el nivel del color azul también lo hace acercándose a un valor de 255, es decir, la apariencia del esmalte se acerca al blanco puro por lo que pierde de esta manera la translucidez. Sin embargo, estos valores cumplen con los estándares de la industria dental, puesto que aún se mantienen dentro del rango de colores señalados en la tabla VITA Classical A1D4.











Esmalte			Referencia Vita Classical		
3Y-TZP (% en peso)	Esmalte	Intensidad del color (RVA)	Referencia		Intensidad del color (RVA)
0% (VM9 puro)		R: ±192 V: ±183 A: ±143	C3		R: ±198 V: ±183 A: ±146
0,1%		R: ±195 V: ±195 A: ±153	C2		R: ±204 V: ±155 A: ±155
1%		R: ±217 V: ±217 A: ±195	B1		R: ±218 V: ±208 A: ±190
4%		R: ±215 V: ±216 A: ±207	B1		R: ±218 V: ±208 A: ±190
8%		R: ±217 V: ±220 A: ±210	B1		R: ±218 V: ±208 A: ±190

Figura 12. Comparación del color entre referencias de VITA y las nuevas porcelanas.

Es evidente que la apariencia estética del diente se conserva bastante bien hasta valores cercanos al 1% de circona añadida.

7.5. Discusión

La adición de segundas fases se viene planteando como una alternativa para mejorar las propiedades mecánicas de las porcelanas dentales las cuales se ven desfavorecidas por la fragilidad que caracteriza a estas cerámicas. A esta necesidad de mejorar mecánicamente se suma una de las características más importantes que demanda la industria dental, mantener la estética del material. Por tanto, a nivel de apariencia estética las porcelanas con adición de sílice fueron las que mejor aspecto presentaron.

7.5.1. Comportamiento mecánico

En las porcelanas con circona se produjo una mejora en la tenacidad de fractura, aunque la translucidez se vio adversamente afectada, tal como fue reportado por Denry [4]. Así mismo, se observó que la tenacidad y el módulo de Young no cambian con la adición de más de 1% de 3Y-TZP, es decir, por encima de 1%, las propiedades mecánicas tienden a estabilizarse, este comportamiento según Frith *et al* [5] se atribuye al aumento de la porosidad que acompaña al incremento del porcentaje de circona.

Con la adición de 1% de circona, la resistencia al contacto aumentó en un 20% respecto a la porcelana VM9, (Figura 10). Los ensayos de contacto Hertziano confirmaron la poca influencia que tuvo la adición de sílice en las propiedades mecánicas y de contacto, así mismo, estos ensayos ratificaron el efecto positivo que se produjo en las propiedades de las porcelanas con adición de circona.

7.5.2. El color como requisito estético

En relación con la tabla de medición se constató que cuando aumenta el porcentaje en circona se acerca a las referencias más blancas de los esmaltes. A partir de 1% de circona, el esmalte alcanzó un valor cercano a la referencia B1 según la tabla de VITA Classical. Además, con los valores de RVA, se verificó que a partir de 4% de circona los colores se alejan de B1, consiguiéndose un tono bastante blanco y una translucidez muy baja.

La Figura 13, muestra la relación entre la intensidad del color (tomando como referencia el color azul) alcanzada frente a los porcentajes de circona adicionados, y a su vez la relación con la carga crítica monotónica a la cual se forma el anillo completo. En otras palabras, se compara la carga crítica respecto al opuesto de la intensidad del color azul definida como *255-intensidad*. Esto es, 255 que es el valor total para alcanzar el blanco puro menos la intensidad del color azul registrada en los diferentes porcentajes de fase añadida según la Figura 12, por ejemplo, para un porcentaje de 1% de circona la intensidad del color azul sería: $255-195=60$.

Mediante la intersección de las dos curvas se pudo establecer la relación entre el color y la resistencia al contacto. Notándose que el porcentaje máximo de segunda fase de circonita que puede mejorar y mantener una translucidez aceptable en el campo dental es de 1%.

7.5.3. Efecto de las tensiones residuales

La mejora en las propiedades mecánicas de las porcelanas feldespáticas con adición de leucita se atribuye a los esfuerzos residuales producidos en la matriz vítrea, debido a la diferencia del coeficiente de expansión térmica (CET) entre las partículas de leucita ($12.5-44 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$; $22.3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ leucita tetragonal) dispersas y la matriz vítrea feldespática ($8.6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) [6-9].

Ahora bien, la diferencia en el CET entre las partículas de leucita tetragonal y la matriz vítrea producen esfuerzos tangenciales de compresión alrededor de los cristales de leucita, los cuales son responsables del aumento de tenacidad de la porcelana dental feldespática [7-9].

Bajo estos argumentos se podría pensar que la no influencia de sílice en la mejora de las propiedades mecánicas de la porcelana se debió a la poca diferencia entre el coeficiente de expansión térmica de las partículas reforzantes de sílice ($10 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) [10] y la matriz de VM9 ($8.8-9.2 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) [11]. Por tanto, no se generaron tensiones residuales que pudiesen mejorar sustancialmente la porcelana. Tokunaga *et al* [6] y Carty & Senapati [9] sugieren que en lugar de adicionar sílice se adicione cristobalita, dado que su CET es parecido al de la leucita ($30-40 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) por lo que ésta sí podría mejorar la resistencia de las porcelanas.

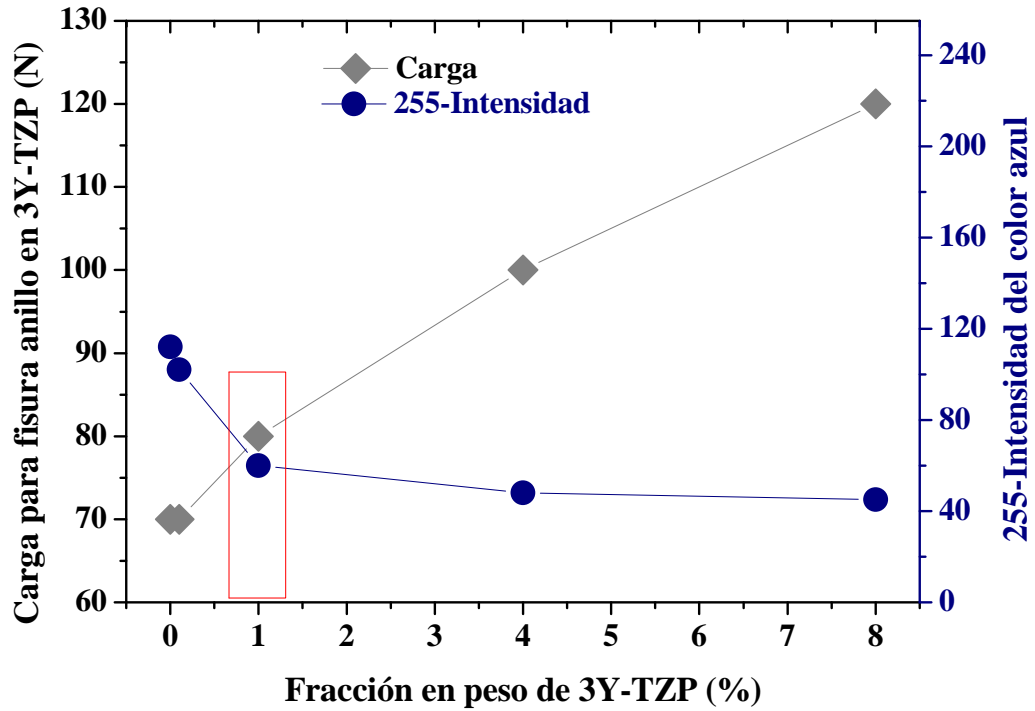


Figura 13. *Propiedades estéticas frente a las propiedades mecánicas.*

En la Tabla 2 se registran los valores teóricos de los esfuerzos residuales generados bajo la adición de diferentes partículas reforzantes en la matriz vítrea, mediante la ecuación de esfuerzos en una partícula según Carty & Senapati [9]:

$$\sigma_{res} = \frac{(\alpha_p - \alpha_m) \Delta T}{(1 - 2\nu_p) / E_p + (1 + \nu_m) / 2E_m} \quad (1)$$

Según Kang *et al* [12] y Morena *et al* [13] este comportamiento se atribuye a que durante la preparación de los polvos cerámicos y formación de la fase sólida óxidos como CaO y Al₂O₃ reaccionan con ZrO₂ para intentar producir el cambio de fase de tetragonal (*t*) a monoclinico (*m*) lo cual conlleva al incremento de la energía de barrera de transformación, resultando en la mejora de la estabilidad de la fase tetragonal y el aumento de la tenacidad de fractura de la porcelana.

Tabla 2. Esfuerzos residuales teóricos resultantes bajo la adición de segundas fases.

	M.		T.	Esf.	
	CET	Elástico	C. Poisson	transición	
	$\alpha(10^{-6}K^{-1})$	E (GPa)	ν	ΔT (K)	
				residuales	
				σ_{res} (MPa)	
Refuerzo					
3Y-TZP	10,5	215	0,32	600	88,7
SiO ₂	10	70	0,17	600	33,5
Cristobalita	30	70	0,17	600	704
Leucita	22,3	57,3	0,22	500	457
Matriz					
VM9	9	72	0,22	645	-16

7.6. Conclusiones

Durante la preparación de los polvos cerámicos la fase cristalina, es decir, la circona no sufrió ninguna transformación de fase.

Con la mezcla de partículas de 3Y-TZP con la porcelana se consiguió aumentar la tenacidad de fractura y mejorar la resistencia al contacto. 1% de 3Y-TZP resultó ser la mejor combinación en apariencia estética y respuesta mecánica.

Las partículas de SiO₂ si bien no proporcionaron cambios significativos en la apariencia estética tampoco mejoraron las propiedades mecánicas como se deseaba.

7.7. Referencias

- [1] El-Meliegy E. Preparation and characterisation of low fusion leucite dental porcelain. *British Ceramic Transactions* 2003;102(6):261–4.
- [2] Xie N, Bell JL, Kriven WM. Fabrication of structural leucite glass-ceramics from potassium-based geopolymer precursors. *Journal of the American Ceramic Society* 2010;93(9):2644–9.
- [3] Zhang Y, Rao P, Lü M, Wu J. Mechanical properties of dental porcelain with different leucite particle sizes. *Journal of the American Ceramic Society* 2008;91(2):527–34.
- [4] Denry IL. Recent advances in ceramics for dentistry. *Critical Reviews in Oral Biology & Medicine* 1996;7(2):134–43.
- [5] Frith V, Heckroodt RO, Schuller K-H. The mechanical properties of zirconfeldspar porcelains. *cfi/Ber DKG, German Ceramic Society Report* 1987;64(10):379–83.
- [6] Tokunaga R, Takahashi H, Iwasaki N, Kobayashi M, Tonami K, Kurosaki N. Effect of polymorphism of SiO₂ addition on mechanical properties of feldspathic porcelains. *Dental Materials Journal* 2008;27(3):347–55.
- [7] Kon M, O'Brien WJ, Rasmussen ST, Asaoka K. Mechanical properties of glass-only porcelains prepared by the use of two feldspathic frits with different thermal properties. *Journal of Dental Research* 2001;80(8):1758–63.
- [8] Cattell MJ, Chadwick TC, Knowles JC, Clarke RL. The crystallization of an aluminosilicate glass in the K₂O-Al₂O₃-SiO₂ system. *Dental Materials* 2005;21:811–22.
- [9] Carty WM, Senapati U. Porcelain-raw materials, processing, phase evolution, and mechanical behavior. *Journal of the American Ceramic Society* 1998;81(1):3–20.

- [10] Jay AH. The thermal expansion of quartz by X-ray measurements. Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences 1933;142:237–47.
- [11] VITA Zahnfabrik. Veneering material VITA-VM9 para materiales de estructuras de cerámica sin metal con un valor CET de aproximadamente 10.5, tales como VITA In-Ceram 2000 YZ Cubes for Cerec 2005:1–20.
- [12] Kang M, Liao X, Yin G, Sun X, Yin X, Xie L. Synthesis and properties of dental zirconia – leucite composites. Bulletin of Materials Science 2010;33(6):713–7.
- [13] Morena R, Lockwood PE, Evans AL, Fairhurst CW. Toughening of dental porcelain by tetragonal ZrO₂ additions. Journal of the American Ceramic Society 1986;69(4):75–7.

Capítulo 8



Conclusiones generales

A continuación se presentan las conclusiones alcanzadas en esta tesis doctoral.

8.1. Preparación y caracterización del material

➤ *Sobre el sustrato de circona*

A partir del polvo de circona policristalina con 3% molar de itria (3Y-TZP) y siguiendo las recomendaciones del fabricante (Tosoh, Japan) se fabricaron muestras de circona que cumplieron con la norma vigente sobre los requerimientos para materiales cerámicos basados en Y-TZP para prótesis dentales. Las muestras tuvieron las propiedades esperadas: densidad de $6.03 \pm 0.01 \text{ g/cm}^3$ (>99.9%), tamaño de grano de $0.34 \pm 0.02 \text{ }\mu\text{m}$, composición de fase principalmente tetragonal, tenacidad de fractura $5.2 \pm 0.3 \text{ MPa m}^{1/2}$, dureza $17 \pm 1 \text{ GPa}$ y módulo elástico $230 \pm 3 \text{ GPa}$.

Una vez comparada la resistencia a la degradación de las circonas AS y VITA, se concluye que:

- La circona dental VITA se degrada hidrotérmicamente ligeramente más que la AS_{dental}.
- Las operaciones de preparación del material ayudan a proteger la circona de la degradación. Tal es el caso del desbaste dental o acabado superficial que genera una textura en la superficie de la muestra, que se mantiene aún después de un tratamiento térmico, evitando la formación de un porcentaje alto de fase monoclinica.
- El colorante resuelve únicamente el problema estético de la circona dental.
- Las muestras con esmalte dieron los mejores resultados en bajo contenido de fase monoclinica. El esmalte actúa como una barrera protectora frente a la degradación.

El desarrollo de este trabajo se realizó utilizando como sustrato la circona AS, puesto que presentó mejor respuesta frente a la degradación, cumple con las propiedades mecánicas y físicas de este tipo de materiales, su proceso de fabricación en el laboratorio está controlado y reduce costes respecto a las circonas comerciales.

➤ *Sobre el recubrimiento de porcelana*

El recubrimiento de la circona AS_{dental} se realizó con la porcelana dental feldespática (Vita VM9 - 2M2 Base Dentine, VITA Zahnfabrik, Bad Sackingen, Germany) desarrollada especialmente para sustratos de circona y aplicada siguiendo las recomendaciones propuestas por su fabricante, VITA. Las propiedades obtenidas también se encuentran dentro del rango de valores reportados en la literatura; tenacidad de fractura $0.6 \pm 0.1 \text{ MPa m}^{1/2}$, dureza $7.3 \pm 0.1 \text{ GPa}$ y módulo elástico $72 \pm 1 \text{ GPa}$. Apariencia superficial de porosidad media y semi-translúcida por el tipo de esmalte empleado (VM9-2M2).

➤ *Sobre la adición de segundas fases*

La preparación de la mezcla en polvo para las segundas fases se elaboró bajo los lineamientos indicados en diferentes fuentes bibliográficas, obteniéndose una mezcla en polvo homogénea. Una vez aplicada, sinterizada y caracterizada se observó diferentes proporciones de porosidad y translucidez de acuerdo al porcentaje de aditivo empleado en cada muestra. En cualquier caso las tonalidades obtenidas estuvieron acorde con las tablas de color para dientes artificiales. Las propiedades mecánicas, dieron algunas variaciones, resultando en aumento de tenacidad y resistencia al adicionar partículas de circona.

8.2. Propiedades mecánicas

➤ *Daños obtenidos bajo carga monotónica en aire*

El daño observado en la superficie de la porcelana VITA VM9 es de carácter frágil, con contacto elástico hasta fractura. El contacto monotónico permitió determinar el primer daño crítico, la fisura anillo, el cual constituye el punto de partida para la caracterización de la porcelana bajo ensayos estáticos y cíclicos.

La porcelana presentó tendencia al daño superficial entorno a la zona de contacto. El multiagrietamiento superficial actúa como mecanismo de relajación de tensiones y modifica el campo de tensiones dando lugar a grietas orientadas que pueden afectar la integridad estructural de la pieza.

En el caso de las indentaciones esféricas a altas cargas, se observaron grietas multicono en la porcelana. Estas grietas estaban contenidas dentro del recubrimiento sin afectar la interfase con el sustrato de circona, no obstante, fueron difíciles de observar por lo que podrían pasar desapercibidas en las revisiones periódicas de un especialista dental.

➤ *Reconstrucción tomográfica del daño producido por contacto*

La reconstrucción tomográfica permitió la identificación y caracterización del daño por contacto generado en el recubrimiento de porcelana dental feldespática sobre circona, el cual exhibe opacidad.

La tomografía asistida por FIB mostró que la trayectoria de la grieta se alteró en la vecindad de las partículas leucita debido a los esfuerzos residuales de compresión, por lo que una mejor distribución de las partículas de leucita podría mejorar la tenacidad de fractura de estos materiales.

➤ *Comportamiento del recubrimiento al contacto Hertziano estático en aire*

La grieta anillo como criterio para estudiar la fisura bajo carga estática permitió evaluar la sensibilidad de la corrosión bajo tensión en presencia de aire en este recubrimiento siguiendo la ley potencial de velocidad de la fisura.

➤ *Comportamiento del recubrimiento al contacto Hertziano cíclico en aire y en saliva artificial*

La fatiga cíclica en un ambiente de saliva artificial aparece más pronto respecto al ambiente de aire. En el recubrimiento sólo se observó grietas anillo y cono. Las microgrietas intrínsecas en la porcelana actúan como medio propulsor de la degradación del material.

La comparación entre los datos cíclicos teóricos y experimentales muestra que la corrosión bajo tensión y la fatiga cíclica están interviniendo en el daño del recubrimiento, siendo la corrosión bajo tensión el mecanismo dominante para tiempos cortos, y la fatiga para tiempos largos.

Utilizando los datos obtenidos, se puede estimar la vida bajo pares de contacto realistas, calculándose un tiempo promedio hasta fallo de aproximadamente 1-4 años para contacto diente-prótesis. Esta estimación está de acuerdo con los datos clínicos, y sugiere que la fatiga por contacto en casos de bruxismo es un mecanismo de daño probable en estas prótesis, por tanto, un tratamiento adecuado de las patologías de bruxismo, reduciría el porcentaje de fallo en prótesis cerámicas.

➤ *Adición de segundas fases*

Durante la preparación de los polvos cerámicos, la circona constituyente de la fase cristalina no sufrió ninguna transformación.

La adición de partículas de 3Y-TZP a la porcelana comercial VITA VM9 aumentó la tenacidad de fractura y mejoró la resistencia al contacto. Ganándose en algunas composiciones un porcentaje de opacidad.

La mejor combinación en términos de apariencia estética y respuesta mecánica se obtuvo con la adición de porcentajes menores o cercanos a 1% de 3Y-TZP.

La adición de partículas de SiO₂ no cambio significativamente la apariencia estética y no mejoró las propiedades mecánicas.

Capítulo 9

Trabajo futuro

De los resultados obtenidos en este trabajo se confirma que las prótesis dentales continúan teniendo problemas de integridad estructural y fiabilidad, particularmente en el recubrimiento porcelánico.

La adición de segundas fases y preparación del material podrían ser la fuente de estudio principal para conseguir la mejora deseada en las propiedades mecánicas. Por tanto, se proponen las siguientes líneas de trabajo futuro:

- Realizar adiciones de segundas fases diferentes a las estudiadas en este trabajo, en la que se combine adecuadamente los factores mecánicos y estéticos.
- Conseguir una mejor homogeneidad y distribución de partículas en las nuevas formulaciones porcelánicas.
- Realizar estudios realistas con pares de indentador diente-prótesis en condiciones biomecánicas realistas de masticación.
- Realizar observaciones fractográficas sobre muestras clínicas, así como establecer colaboraciones con protésicos dentales.

Curriculum

Publicaciones en revistas

- Rueda AO, Seuba J, Anglada M, Jiménez-Piqué E. Tomography of indentation cracks in feldspathic dental porcelain on zirconia. *Dental Materials* 2013; 29: 348–56.
- Rueda AO, Anglada M, Jiménez-Piqué E. Contact fatigue of veneer feldspathic porcelain on dental zirconia. (*Enviado a Dental Materials*)
- Rueda AO, Anglada M, Jiménez-Piqué E. Effect of the addition of 3Y-TZP and SiO₂ on the fracture toughness of the feldspathic dental porcelain. (*en preparación*)

Participaciones en congresos y encuentros

- Rueda AO, Anglada M, Jiménez-Piqué E. Efecto de la adición de segundas fases sobre las propiedades mecánicas de la porcelana dental feldespática. XII Congreso Nacional de Materiales, XII Congreso IBEROMAT (ISBN 978-84-695-3316- 1). Mayo de 2012. Alicante-España.
- Rueda AO, Anglada M, Jiménez-Piqué E. Effect of second phase addition on the mechanical properties of feldspathic dental porcelain. 13TH European Inter-Regional Conference on Ceramics-CIEC-13-(ISBN 978-84-615-9681-2/<http://www.ciec13.org/>). Septiembre de 2012. Barcelona-España.
- Rueda AO, Anglada M, Jiménez-Piqué E. Fractura por contacto en recubrimientos feldespáticos sobre circona dental. XXVIII Encuentro del Grupo Español de Fractura. *Anales de Mecánica de la Fractura* 2011; 1(28):83-7. Gijón-España.

- Rueda AO, Anglada M, Jiménez-Piqué E. Contact fatigue of veneer feldspathic porcelain on dental zirconia. 6th EEIGM International Conference on Advanced Materials Research (DOI: 10.1088/1757-899X/31/1/011001). Noviembre de 2011. Nancy-Francia.