



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA  
DE MÉXICO**

---

---

**ESCUELA NACIONAL DE ESTUDIOS SUPERIORES  
UNIDAD LEÓN**

**TÍTULO: EFECTO DEL CICLO DE SINTERIZACIÓN EN  
LAS PROPIEDADES FÍSICO-MECÁNICAS DE  
RESTAURACIONES DE DIÓXIDO DE ZIRCONIO**

**FORMA DE TITULACIÓN: TESIS**

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:  
LICENCIADO EN ODONTOLOGÍA**

**P R E S E N T A:**

**GENARO EDUARDO AGUILAR CORREA**

**TUTOR: MTRO. ROGELIO DANOVAN VENEGAS LANCÓN**

**ASESORES: DR. CARLOS ANDRÉS ÁLVAREZ GAYOSSO  
MTRO. SALVADOR LÓPEZ MORALES**



**LEÓN, GUANAJUATO. FEBRERO DE 2017.**



Universidad Nacional  
Autónoma de México



## **UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso**

### **DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

# Índice de Contenido

1. MARCO TEÓRICO.....	12
1.1. Conceptos Generales de Biocerámicas en Odontología .....	12
1.1.1. Dióxido de Zirconio .....	14
1.1.3. Materiales Cerámicos .....	21
1.1.4. Cerámicas Dentales.....	21
1.2. Restauraciones en Prótesis Parcial Fija (PPF).....	26
1.3. Propiedades Físicas de las Cerámicas Dentales. ....	28
1.3.1. Resistencia a la Flexión.....	28
1.3.2. Envejecimiento y Degradación.....	32
1.4. Adhesión .....	38
1.4.1. Adhesión al Esmalte.....	39
1.4.2. Adhesión a la Dentina.....	40
1.4.3. Adhesión con Ionómeros de Vidrio.....	40
1.4.4. Adhesión en Prótesis Fija (Cementos Resinosos).....	42
1.4.5. Cementación Adhesiva de Piezas Metálicas .....	43
1.5. Mojabilidad .....	44
1.5.1. Tensión Superficial.....	44
1.5.2. Ángulo de Contacto .....	45
2. ANTECEDENTES.....	47
3. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	51
4. JUSTIFICACIÓN.....	53
5. HIPÓTESIS .....	53
6. OBJETIVO GENERAL.....	54
6.1. OBJETIVOS ESPECIFICOS .....	54
7. PREGUNTAS DE INVESTIGACIÓN .....	54
8. DISEÑO DE LA INVESTIGACIÓN.....	55
8.1. Tipo de Estudio.....	55
8.2. Muestreo. ....	55
9. MATERIAL Y MÉTODOS.....	59
9.1. Contracción por Sinterización, Resistencia a la Flexión y Módulo Elástico. ....	59
9.1.1. Preparación de las muestras.....	59

9.1.2.	Material e instrumental.....	59
9.1.3.	Procedimientos de Laboratorio .....	60
9.2.	Medición del Ángulo de Contacto (Mojabilidad superficial) .....	64
9.2.1.	Preparación de las muestras.....	64
9.2.2.	Material e instrumental.....	64
9.2.3.	Procedimiento .....	65
9.3.	Espectroscopia RAMAN. ....	66
9.3.1.	Preparación de las muestras.....	66
9.4.	Espectroscopia de Difracción de Rayos X (Fases Cristalográficas). ....	68
9.4.1.	Preparación de las muestras.....	68
9.4.2.	Material e instrumental.....	68
9.4.3.	Procedimiento .....	69
9.5.	Espectroscopia de Fotoelectrones Emitidos por Rayos X (XPS y Análisis Composicional) .....	72
9.5.1.	Preparación de las muestras.....	72
9.5.2.	Material y Métodos.....	72
9.5.3.	Procedimiento .....	73
10.	Resultados.....	74
10.1.	Contracción por Sinterización.....	74
10.1.1.	Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) .....	74
10.1.2.	NexxZr T® (Sagemax WA USA) .....	74
10.1.3.	Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy).....	74
10.1.4.	inCoris TZI® (Sirona Bensheim Germany) .....	75
10.2.	Resistencia a la Flexión y Módulo Elástico.....	76
10.2.1.	Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria).....	76
10.2.2.	NexxZr T® (Sagemax WA USA) .....	77
10.2.3.	Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) .....	78
10.2.4.	inCoris TZI® (Sirona Bensheim Germany) .....	79
10.3.	Espectroscopia de Difracción de Rayos X - XRD (Fases cristalográficas). ....	81
10.3.1.	Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria).....	81
10.3.2.	NexxZr T® (Sagemax WA USA). ....	82
10.3.3.	Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy). ....	82
10.3.4.	inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany).....	83

10.4.	Espectroscopia RAMAN. ....	84
10.4.1.	Identificación de Bandas de Fases Cristalográficas .....	84
10.4.2.	Obtención de Porcentajes de Fases Cristalográficas por RAMAN .....	85
10.5.	Espectroscopia de Fotoelectrones Emitidos por Rayos X-XPS (Análisis Composicional). ....	87
10.5.1.	Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) .....	87
10.5.2.	NexxZr T® (Sagemax WA USA) .....	90
10.5.3.	Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy). ....	93
10.5.4.	inCoris TZI® (Sirona Bensheim Germany) .....	96
10.6.	Angulo de Contacto (Mojabilidad).....	99
10.6.1.	Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) .....	99
10.6.2.	Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) .....	106
10.6.3.	NexxZr T® (Sagemax WA USA). ....	112
10.6.4.	inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany).....	118
11.	Discusión .....	125
12.	Conclusiones .....	130
13.	Referencias .....	132

## Índice de Figuras

Figura 1 Parámetros cristalográficos y temperaturas de transformación de las fases cristalinas del Zirconio. <sup>8</sup> .....	13
Figura 2 Temperatura de transformación de fase. <sup>8</sup> .....	13
Figura 3 Estado del Y-TZP donde se observa la temperatura y porcentaje de dopaje para la formación de Y-TZP y Y-PSZ. <sup>8</sup> .....	15
Figura 4 Representación de sinterización en fase inicial de una cerámica policristalina y presencia de canales y poros. <sup>8</sup> .....	17
Figura 5. Celda elemental de los sólidos cristalinos y parámetros de una celda cúbica. <sup>8</sup> .....	18
Figura 6. Grupos cristalográficos clasificados por la forma de celdas elementales de los sólidos cristalinos. <sup>8</sup> .....	19
Figura 7. Defectos puntuales del retículo cristalino. <sup>8</sup> .....	20
Figura 8. Defectos lineales del retículo cristalino. <sup>8</sup> .....	20
Figura 9. Curva de desenlace-sinterización para la producción de bloques brutos de Zirconio (a) y en bruto en el horno de desenlace-sinterización (b) en horno eléctrico. <sup>8</sup> .....	22
Figura 10 Polvo de Y-TZP observado en MEB con partículas de dimensiones promedio de 0.09 $\mu$ . <sup>8</sup> .....	23
Figura 11 Polvo de Y-TZP visto en MEB a 60 $\mu$ con buena consistencia para su manipulación. <sup>8</sup> .....	24
Figura 12 Formación de bloques en bruto por medio de compresión isostática. <sup>8</sup> .....	25
Figura 13 Formación de bloques en bruto por medio de compresión uniaxial de doble efecto (biaxial). <sup>8</sup> .....	25
Figura 14. Variación volumétrica del 25% entre Zirconio pre-sinterizado y sinterizado. <sup>8</sup> .....	26
Figura 15. Máquina de Prueba de Resistencia a la Flexión Monoaxial, según la norma ISO 14704. <sup>8</sup> .....	28
Figura 16. Prueba de Flexión Monoaxial a tres puntos. <sup>8</sup> .....	30
Figura 17. Transformación Hidrotérmica del Y-TZP. <sup>8</sup> .....	35
Figura 18 Apertura de fractura en cono de cerámica a partir de los defectos de superficie por acción de cargas oclusales. <sup>8</sup> .....	36
Figura 19 Degradación a baja temperatura del Zirconio. <sup>8</sup> .....	36
Figura 20. Tenacidad por transformación de fase. <sup>8</sup> .....	50
Figura 21. Máquina universal de pruebas mecánicas (INSTRON® USA) .....	60
Figura 22. Prueba de resistencia a la Flexión. a) Colocación de la muestra en soporte; b) Descenso del eje axial; c) Fractura de la muestra .....	63
Figura 23. Control de comando de la máquina Instron USA .....	63
Figura 24. A) y B) Goniómetro con control de video y dispensador de goteo controlado Ramé-Hart Instrument Co., con software de análisis de imagen y procesamiento de muestras ImageJ .....	66
Figura 25. Detector analizador, Fuente de rayos X monocromático y sistema de ultra vacío (UHV). <sup>25</sup> .....	71
Figura 26. Gráfica Comparativa de Contracción por Sinterización. <sup>Fuente Directa</sup> .....	75
Figura 27. Diagrama de esfuerzo-deformación de las muestras de Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) sometidas a un ensayo de Resistencia a la flexión de 3 puntos. <sup>Fuente Directa</sup> .....	76

Figura 28. Diagrama de esfuerzo de formación de las muestras de NexxZr T® (Sagemax WA USA) sometidas a un ensayo de Resistencia a la flexión de 3 puntos. Fuente Directa .....	77
Figura 29. Diagrama de esfuerzo de formación de las muestras de Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) sometidas a un ensayo de Resistencia a la flexión de 3 puntos. Fuente .....	78
Figura 30. Diagrama de esfuerzo de formación de las muestras de inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany) sometidas a un ensayo de Resistencia a la flexión de 3 puntos. Fuente Directa .....	79
Figura 31. Gráfica comparativa de resistencia a la flexión. Fuente Directa .....	80
Figura 32. Gráfica comparativa de módulo elástico. Fuente Directa .....	80
Figura 33. Porcentaje de Volumen Tetragonal obtenido por la prueba XRD del material Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria). Fuente Directa .....	81
Figura 34. Porcentaje de Volumen Tetragonal obtenido por la prueba XRD del material NexxZr T® (Sagemax WA USA). Fuente Directa .....	82
Figura 35. Porcentaje de Volumen Tetragonal obtenido por la prueba XRD del material Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy). Fuente Directa .....	82
Figura 36. Porcentaje de Volumen Tetragonal obtenido por la prueba XRD del material inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany). Fuente Directa .....	83
Figura 37. Espectro RAMAN que demuestra las bandas características de la fase tetragonal y monoclinica del dióxido de zirconio estabilizado con itrio. <sup>31</sup> .....	84
Figura 38. Porcentaje de Volumen Tetragonal obtenido por la prueba RAMAN del material Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria). Fuente Directa .....	85
Figura 39. Porcentaje de Volumen Tetragonal obtenido por la prueba RAMAN del material NexxZr T® (Sagemax WA USA). Fuente Directa .....	85
Figura 40. Porcentaje de Volumen Tetragonal obtenido por la prueba RAMAN del material Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy). Fuente Directa .....	86
Figura 41. Porcentaje de Volumen Tetragonal obtenido por la prueba RAMAN del inCoris TZI® (Sirona Bensheim Germany). Fuente Directa .....	86
Figura 42. Espectroscopía de Fotoelectrones Emitidos por Rayos X para el análisis composicional de Ceramill Zolid FX ® (Amann Girrbach Kobach Austria) no sinterizado. Fuente Directa .....	87
Figura 43. Análisis composicional de la muestra Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) No Sinterizada. Fuente Directa .....	88
Figura 44. Espectroscopía de Fotoelectrones Emitidos por Rayos X para el análisis composicional de Ceramill Zolid FX ® (Amann Girrbach Kobach Austria) sinterizado. Fuente Directa .....	89
Figura 45. Análisis composicional de la muestra Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) Sinterizada. Fuente Directa .....	89
Figura 46. Espectroscopía de Fotoelectrones Emitidos por Rayos X para el análisis composicional de NexxZr T® (Sagemax WA USA) no sinterizado. Fuente Directa .....	90
Figura 47. Análisis composicional de la muestra NexxZr T® (Sagemax WA USA) no sinterizado. Fuente Directa .....	91
Figura 48. Espectroscopía de Fotoelectrones Emitidos por Rayos X para el análisis composicional de NexxZr T® (Sagemax WA USA) sinterizado. Fuente Directa ....	92
Figura 49. Análisis composicional de la muestra NexxZr T® (Sagemax WA USA) sinterizado. Fuente Directa .....	92

Figura 50. Espectroscopía de Fotoelectrones Emitidos por Rayos X para el análisis composicional de Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) no sinterizado. <sup>Fuente</sup> Directa .....	93
Figura 51. Análisis composicional de la muestra Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) no sinterizado. <sup>Fuente Directa</sup> .....	94
Figura 52. Espectroscopía de Fotoelectrones Emitidos por Rayos X para el análisis composicional de Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) sinterizado. <sup>Fuente</sup> Directa .....	95
Figura 53. Análisis composicional de la muestra Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) sinterizado. <sup>Fuente Directa</sup> .....	95
Figura 54. Espectroscopía de Fotoelectrones Emitidos por Rayos X para el análisis composicional de inCoris TZI® (Sirona Bensheim Germany) no sinterizado. <sup>Fuente</sup> Directa .....	96
Figura 55. Análisis composicional de la muestra inCoris TZI® (Sirona Bensheim Germany) no sinterizado. <sup>Fuente Directa</sup> .....	97
Figura 56. Espectroscopía de Fotoelectrones Emitidos por Rayos X para el análisis composicional de inCoris TZI® (Sirona Bensheim Germany) sinterizado. <sup>Fuente Directa</sup> .....	98
Figura 57. Análisis composicional de la muestra inCoris TZI® (Sirona Bensheim Germany) sinterizado. <sup>Fuente Directa</sup> .....	98
Figura 58. Muestra comercial de cerámica Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 0.000 segundos. ....	100
Figura 59. Muestra comercial de cerámica Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 1.000 segundos. ....	100
Figura 60. Muestra comercial de cerámica Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 2.000 segundos. ....	101
Figura 61. Muestra comercial de cerámica Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 3.000 segundos. ....	101
Figura 62. Muestra comercial de cerámica Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 3.250 segundos. ....	102
Figura 63. Muestra comercial de cerámica Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) Sinterizada bajo especificaciones del fabricante. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 0.000 segundos. ....	103
Figura 64. Muestra comercial de cerámica Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) Sinterizada según especificaciones del fabricante. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 3.000 segundos.....	104
Figura 65. Muestra comercial de cerámica Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) Sinterizada según las especificaciones del fabricante. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 6.000 segundos.....	104
Figura 66. Muestra comercial de cerámica Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) Sinterizada según especificaciones del fabricante. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 9.000 segundos.....	105

Figura 67. Muestra comercial de cerámica Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) Sinterizada según las especificaciones del fabricante. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 12.000 segundos.....	105
Figura 68. Muestra comercial de cerámica Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 0.000 segundos. ....	106
Figura 69. Muestra comercial de cerámica Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 0.500 segundos. ....	107
Figura 70. Muestra comercial de cerámica Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 1.000 segundos. ....	107
Figura 71. Muestra comercial de cerámica Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 1.500 segundos. ....	108
Figura 72. Muestra comercial de cerámica Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 2.000 segundos. ....	108
Figura 73. Muestra comercial de cerámica Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) Sinterizada bajo especificaciones del fabricante. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 0.000 segundos. ....	110
Figura 74. Muestra comercial de cerámica Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) Sinterizada bajo especificaciones del fabricante. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 3.000 segundos. ....	110
Figura 75. Muestra comercial de cerámica Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) Sinterizada bajo especificaciones del fabricante. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 6.000 segundos. ....	111
Figura 76. Muestra comercial de cerámica Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) Sinterizada bajo las especificaciones del fabricante. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 9.000 segundos. ....	111
Figura 77. Muestra comercial de cerámica Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) Sinterizada bajo especificaciones del fabricante. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 12.000 segundos. ....	112
Figura 78. Muestra comercial de cerámica NexxZr T® (Sagemax WA USA). No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 0.000 segundos. ....	113
Figura 79. Muestra comercial de cerámica NexxZr T® (Sagemax WA USA) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 0.500 segundos. ....	113
Figura 80. Muestra comercial de cerámica NexxZr T® (Sagemax WA USA) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 1.000 segundos. ....	114
Figura 81. Muestra comercial de cerámica NexxZr T® (Sagemax WA USA) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 2.000 segundos. ....	114
Figura 82. Muestra comercial de cerámica NexxZr T® (Sagemax WA USA) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 2.500 segundos. ....	115

Figura 83. Muestra comercial de cerámica NexxZr T® (Sagemax WA USA) Sinterizada según las indicaciones del fabricante. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 0.000 segundos. ....	116
Figura 84. Muestra comercial de cerámica NexxZr T® (Sagemax WA USA) Sinterizada según las especificaciones del fabricante. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 3.000 segundos. ....	116
Figura 85. Muestra comercial de cerámica NexxZr T® (Sagemax WA USA) Sinterizada según las especificaciones del fabricante. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 6.000 segundos. ....	117
Figura 86. Muestra comercial de cerámica NexxZr T® (Sagemax WA USA) Sinterizada según las especificaciones del fabricante. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 9.000 segundos. ....	117
Figura 87. Muestra comercial de cerámica NexxZr T® (Sagemax WA USA) Sinterizada según las especificaciones del fabricante. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 12.000 segundos. ....	118
Figura 88. Muestra comercial de cerámica inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 0.000 segundos. ....	119
Figura 89. Muestra comercial de cerámica inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 1.000 segundos. ....	119
Figura 90. Muestra comercial de cerámica inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 2.000 segundos. ....	120
Figura 91. Muestra comercial de cerámica inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 3.000 segundos. ....	120
Figura 92. Muestra comercial de cerámica inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 4.000 segundos. ....	121
Figura 93. Muestra comercial de cerámica inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany) Sinterizada según las especificaciones del fabricante. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 0.000 segundos. ....	122
Figura 94. Muestra comercial de cerámica inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany) Sinterizada según las especificaciones del fabricante. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 3.000 segundos. ....	122
Figura 95. Muestra comercial de cerámica inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany) Sinterizada según las especificaciones del fabricante. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 6.000 segundos. ....	123
Figura 96. Muestra comercial de cerámica inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany) Sinterizada según las especificaciones del fabricante. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 9.000 segundos. ....	123
Figura 97. Muestra comercial de cerámica inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany) Sinterizada según las especificaciones del fabricante. Con gota de H <sub>2</sub> O y tiempo de exposición de t = 12.000 segundos. ....	124

## Índice de Tablas

- Tabla 1. Composición Química y Propiedades Físicas y Mecánicas del Y-TZP  $ZrO_2$ . Fuente Directa ..... 17
- Tabla 2 Composición de los diferentes tipos de Ionómeros Vítreos Fuente Directa .. 42
- Tabla 3. Variables de la Investigación Fuente Directa ..... 56
- Tabla 4 Variables Dependientes e Independientes de la Investigación ..... 58
- Tabla 5 Ciclo de Sinterización Sugerido para NexxZrT (Sagemax WA USA) ..... 61
- Tabla 6 Ciclo de Sinterización Sugerido para Incoris TZI (Sirona Bensheim Germany) ..... 61
- Tabla 7 Ciclo de Sinterización Sugerido para Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Austria)..... 62
- Tabla 8. Ciclo de Sinterización Sugerido para Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy)..... 62
- Tabla 9. Valores de Deformación Máxima y Resistencia a la Flexión (\*Valores mínimos, \*\*Valores máximos) Fuente Directa ..... 76
- Tabla 10. Valores de Deformación Máxima y Resistencia a la Flexión (\*Valores mínimos, \*\*Valores máximos) Fuente Directa ..... 77
- Tabla 11. Valores de Deformación Máxima y Resistencia a la Flexión (\*Valores mínimos, \*\*Valores máximos) Fuente Directa ..... 78
- Tabla 12. Valores de Deformación Máxima y Resistencia a la Flexión (\*Valores mínimos, \*\*Valores máximos) Fuente Directa ..... 79
- Tabla 13. Ángulo de contacto de gota de agua tri-destilada colocada en la superficie interna de una muestra de Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Austria) Sin Sinterizar. .... 99
- Tabla 14. Ángulo de contacto de gota de agua tri-destilada colocada en la superficie interna de una muestra de Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Austria) Sinterizada bajo especificaciones del fabricante. .... 103
- Tabla 15. Ángulo de contacto de gota de agua tri-destilada colocada en la superficie interna una muestra de Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) Sin Sinterizar..... 106

- Tabla 16. Ángulo de contacto de gota de agua tri-destilada colocada en la superficie interna de un cerámico comercial, Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) Sinterizada, a T = XXX °C..... 109
- Tabla 17. Ángulo de contacto de gota de agua tri-destilada colocada en la superficie interna de una muestra de NexxZr T® (Sagemax WA USA). Sin Sinterizar..... 112
- Tabla 18. Ángulo de contacto de gota de agua tri-destilada colocada en la superficie interna de un cerámico comercial NexxZr T® (Sagemax WA USA) Sinterizada según las especificaciones del fabricante. .... 115
- Tabla 19. Ángulo de contacto de gota de agua tri-destilada colocada en la superficie interna de una muestra de inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany) Sin Sinterizar..... 118
- Tabla 20. Ángulo de contacto de gota de agua tri-destilada colocada en la superficie interna de una muestra de inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany) Sin Sinterizar..... 121

## 1. MARCO TEÓRICO

### 1.1. Conceptos Generales de Biocerámicas en Odontología

El odontólogo se encuentra en constante búsqueda de nuevas alternativas en cuanto a materiales de uso dental se refiere. La demanda por parte de los pacientes en cuanto a funcionalidad y estética ha provocado que se realicen investigaciones desafiando a una gran cantidad de materiales restauradores.

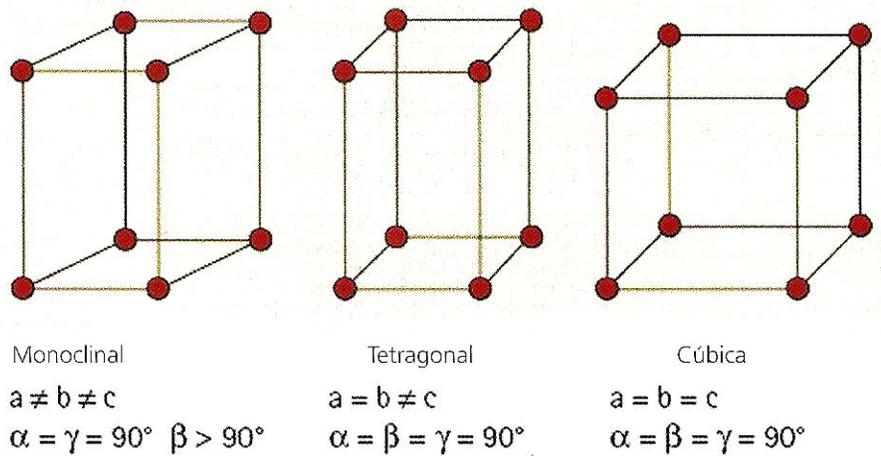
Para poder comprender esto se han elaborado definiciones de conceptos indispensables como los siguientes:

**Biocerámica:** Materiales cerámicos que han sido desarrollados especialmente para uso dental y médico.<sup>8, 2, 3.</sup>

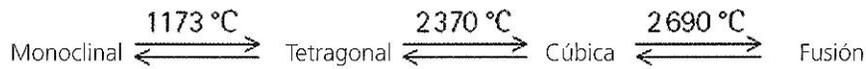
**Zirconio:** elemento metálico de transición, número atómico 40 y peso de 91.22, resistente a la corrosión. Existe el zirconio puro en forma cristalina; de color blanco y dúctil, y también en su versión amorfa como polvo de color negro azulado. Este material tiene una densidad de 6.49 g/cm<sup>3</sup>, un punto de fusión de 1,855°C y un punto de ebullición de 4,409°C. Este material no se encuentra de forma natural en su estado puro, pero si en compañía de Óxidos de silicato o como un óxido libre.<sup>2, 3, 7</sup>

**Dióxido de Zirconio:** es un óxido cristalino blanco hecho de zirconio. A temperatura ambiente tiene una estructura cristalina hexagonal compacta. Se obtiene en forma de polvo y posee propiedades tanto ácidas como alcalinas. Los cristales de dióxido de zirconio se organizan en células, que pueden clasificarse en 3 grupos: cúbica (en forma de prisma recto con lados cuadrados), tetragonal (con forma de prisma recto con los lados rectangulares) y la monoclinica (en forma de un prisma recto con lados paralelepípedos).

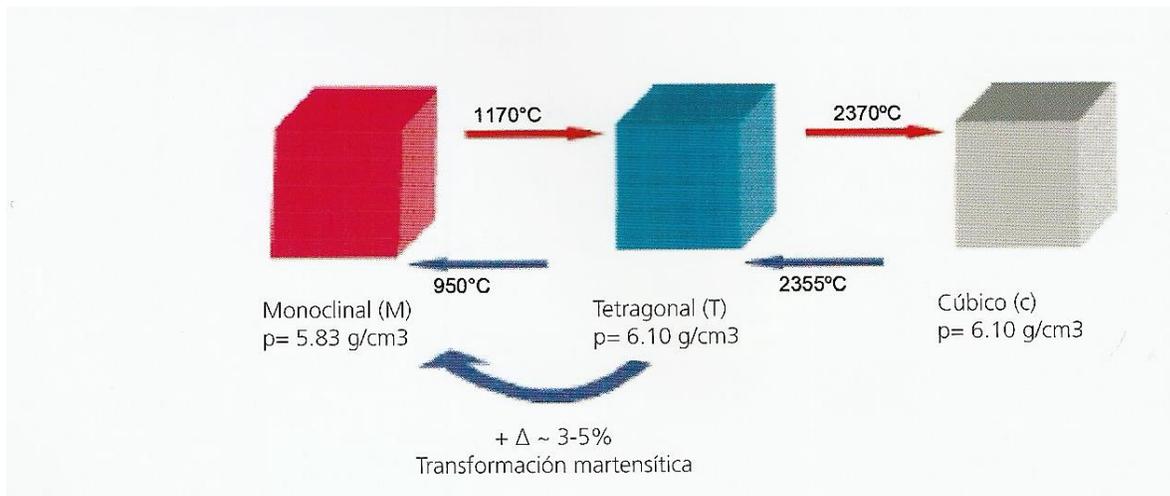
La fase cúbica (C) es estable por encima de 2370°C y sus propiedades mecánicas son moderadas. La fase tetragonal (T) es estable entre 1170°C y 2370°C obteniendo una cerámica con propiedades mecánicas excepcionales. La fase monoclinica (M) que es estable de temperatura ambiente hasta los 1170°C presente propiedades mecánicas reducidas, lo que contribuye a la disminución de la cohesión entre las partículas de la cerámica y por tanto en su densidad.



ZrO<sub>2</sub> - Fase cristalina



**Figura 1** Parámetros cristalográficos y temperaturas de transformación de las fases cristalinas del Zirconio. <sup>8</sup>



**Figura 2** Temperatura de transformación de fase. <sup>8</sup>

**Zirconio estabilizado:** es una mezcla de polimorfos de ZrO<sub>2</sub>, al cual se le añadió partículas en fase cúbica para obtener una mezcla en fase tetragonal. Este zirconio parcialmente estabilizado también se llama zirconio tetragonal policristalina (TZP). A este material se le pueden agregar algunos óxidos para estabilizar su fase cúbica o tetragonal, como el óxido de Calcio, Itrio, Magnesio y Cerio. La adición de óxidos de

estabilización permite la generación de un material de múltiples fases a temperatura ambiente.<sup>5, 9</sup>

Dióxido de zirconio parcialmente estabilizado con Itrio (Y-PSZ): es un material cerámico de zirconio compuesto 100% por su fase tetragonal después de añadirse un 2 o 3% de óxido de Itrio como agente estabilizador. El reducir el tamaño de grano y aumentar la cantidad de óxido de Itrio reduce la probabilidad de transformación. Particularmente, la reducción del tamaño de grano puede provocar la pérdida de estabilidad, mientras que el aumento a más del 3.5% del agente estabilizador permite la nucleación de cantidades significativas de fase cúbica.<sup>4, 5, 7</sup> Por lo tanto, para obtener una fase tetragonal estable el tamaño de partícula no debe ser mayor a 0.8  $\mu\text{m}$  y la cantidad de óxido de Itrio no mayor a 3%.

Una característica importante de dióxido de zirconio estabilizado con Itrio es la formación de capas de compresión en su superficie, un conjunto de granos tetragonales superficiales que no están delimitados por una matriz y pueden cambiar espontáneamente a monoclinicos que aumenta el desgaste de este material.

Este material muestra propiedades excepcionales de gran interés para la ingeniería biomédica, tales como alta resistencia, resistencia a la fractura, dureza, resistencia al desgaste, el buen comportamiento de fricción y no magnético, aislamiento eléctrico, baja conductividad térmica, resistencia a la corrosión en ácidos y álcalis, módulo de elasticidad similar a la del acero, y el coeficiente de expansión térmica similar a la de hierro.<sup>3, 8</sup>

### **1.1.1. Dióxido de Zirconio**

El Zirconio es un elemento químico relativamente común en la corteza terrestre, ocupa el 17º lugar en la escala relativa de abundancia, y es más abundante que otros elementos considerados comunes como el cobre.<sup>1, 2,4,5.</sup>

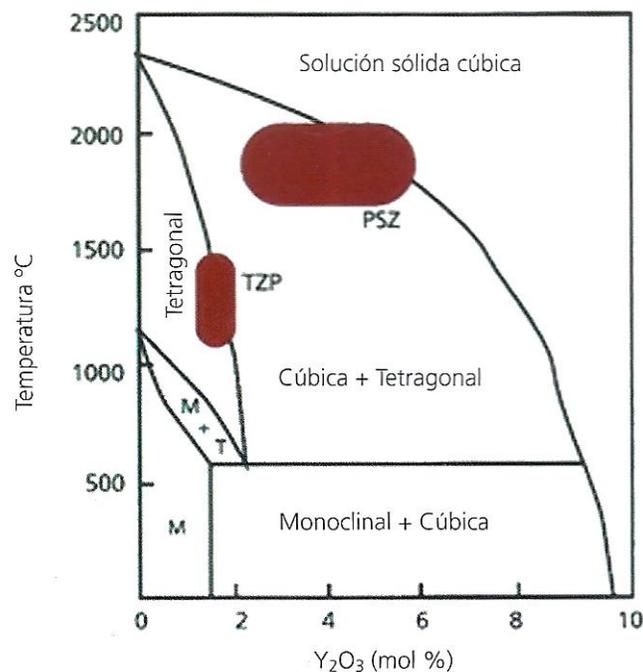
Se trata de un metal que en estado puro es blando y dúctil, además tiene un brillo argénteo. Cuando se encuentra en su estado metálico, el Zirconio se usa en aleación con otros metales como el níquel, hierro y niobio, y se caracteriza por su resistencia a la corrosión y su buena conductibilidad térmica. Su principal uso es la fabricación de intercambiadores de calor y reactores.<sup>2, 3.</sup>

Otra forma de conocer el Zirconio es como Silicato de Zirconio ( $ZrSiO_4$ ); siendo este el mineral utilizado comercialmente como gema y su principal uso es la realización de cerámicas para estructuras de Óxido de Zirconio. <sup>6, 8.</sup>

Cuando nos referimos al Óxido de Zirconio, o Bióxido de Zirconio, nos referimos a la materia natural presente en la corteza terrestre en su versión monoclinal. Dicha sustancia fue aislada por el químico M. H. Klaproth, en el año de 1798, sin embargo, se trata de un material impuro incapaz de indicarse como materia prima para la realización de cerámicas de estructura. <sup>7, 8, 9.</sup>

El Bióxido de Zirconio estabilizado en su forma tetragonal es la cerámica técnica, a la cual se denomina Zirconio, y la podemos encontrar en varias versiones:

- a) (Y-TZP) Tetragonal Zirconia Polycrystal- estabilizado a través de un dopaje con Óxido de Ytrio ( $Y_2O_3$ ).
- b) Zirconia Parcialmente estabilizado - estabilizado a través del agregado de Óxido de Magnesio y Óxido de Calcio ( $MgO$ ,  $CaO$ ).



**Figura 3 Estado del Y-TZP donde se observa la temperatura y porcentaje de dopaje para la formación de Y-TZP y Y-PSZ. <sup>8</sup>**

La sinterización de Y-ZrO<sub>2</sub> crea un material opaco, blanquecino, con una resistencia a la flexión muy alta, mayor a la de cualquier otro material cerámico existente, por lo que no existen limitantes para su indicación. Se ha demostrado que la resistencia a la flexión ronda entre los 1,100 y 1,200 MPa, y su resistencia a la compresión es de 900 Nem. <sup>3, 9</sup>.

#### **1.1.1.1. Estructura del material:**

El estado sólido incluye 2 tipologías de agregación de la materia:

- I. Los sólidos amorfos, carentes de estructura geométrica regular, que se comparan con fluidos muy viscosos, como el vidrio.
- II. Los sólidos cristalinos o verdaderos, que muestran una estructura ordenada y regular de células elementales, como las cerámicas.

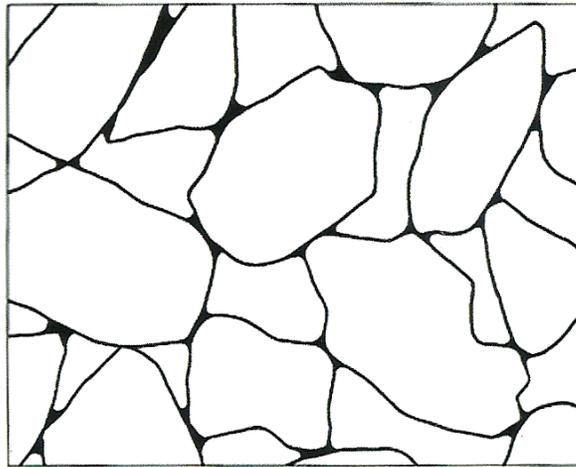
Debido a su estructura atómica, los sólidos amorfos confieren características químicas y físicas en forma homogéneamente distribuida en el espacio, responsable no solo de la translucidez, sino de la conducta catastrófica de la fractura del vidrio. <sup>8</sup>

De forma contraria, la estructura de los sólidos cristalinos, metálicos o verdaderos confiere una propiedad que es llevada extrínsecamente en direcciones precisas que son dictadas por la conformación del retículo cristalino, entre los que se ubican un aumento en las propiedades mecánicas de aleaciones y cerámicas.

Existen materiales compuestos como las cerámicas silíceas, que presentan ambos tipos de morfología, tanto amorfa como cristalina. Y se habla entonces de una fase cristalina inmersa en una amorfa o vítrea. <sup>8,9, 14, 16</sup>.

Los sólidos policristalinos contienen únicamente estructura cristalina, se conforman por granos, o cristalitas, de contacto, que se comportan como un mosaico tridimensional ante la ausencia de fases intermedias. Los granos coinciden con la fase y sus límites con los límites de la fase. <sup>1, 3,8</sup>.

Entre dichos granos existen enlaces que están compuestos por diversas capas de átomos, los cuales no han respetado su posición normal debido a que deben cerrar las zonas carentes de contacto en forma de puente causadas por la discrepancia de algunos granos adyacentes en el retículo.



**Figura 4 Representación de sinterización en fase inicial de una cerámica policristalina y presencia de canales y poros. <sup>8</sup>**

El hecho de que las dimensiones de los granos disminuyan hace que las propiedades mecánicas sean mayores, debido a que los sometimientos a carga se distribuyen entre un gran número de enlaces presentes por unidad de volumen. Mientras que los sólidos con grandes dimensiones presentan propiedades mecánicas inferiores, específicamente menor resistencia a la ruptura.

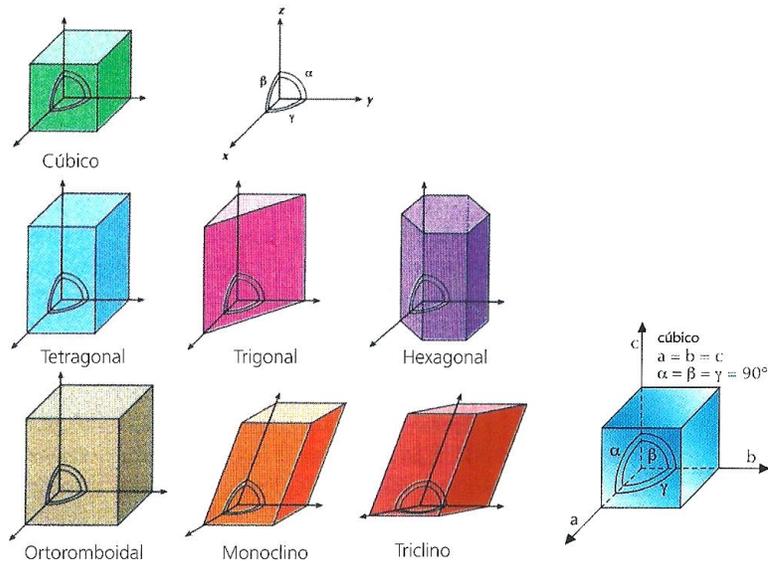
Propiedad	Y-TZP	ISO 13356	ASTM F1873
<b>Composición Química</b>			
ZrO <sub>2</sub> +HfO <sub>2</sub> +Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	>99.0 %	>99.0 %	≥99.0 %
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4.5 - 5.4 %	4.5 - 5.4 %	4.5 - 5.4 %
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	<0.5	<0.5	≤0.5
Otros óxidos	<0.5	<0.5	≤0.5
<b>Propiedades Físicas</b>			
Densidad Aparente (g/cm <sup>3</sup> )	6.05	≥6.00	≥6.00
Tamaño de grano (μm)	0.2	≤0.6	≤0.6
Fase monoclinal (%)	1	-	≤5
Porosidad (%)	<0.1	<0.1	<0.1
<b>Propiedades Mecánicas</b>			
Resistencia a la Flexión (4 puntos) (MPa)	1,666	≥800	≥800
Módulo Elástico (GPa)	201	-	≥200
Dureza de Vickers (HV)	1,270	-	>1,200
Tenacidad a la fractura (kgf/mm <sup>2/3</sup> )	16.8	-	-
Resistencia a la Compresión (MPa)	4,900	-	-
Fuerza de impacto (MPa)	137	-	-

**Tabla 1. Composición Química y Propiedades Físicas y Mecánicas del Y-TZP ZrO<sub>2</sub>.** Fuente Directa

Al hablar de sólidos cristalinos debemos referirnos a los cristales como poliedros que son delimitados por caras planas, las cuales se forman por el crecimiento de celdas elementales, las cuales reflejarán una forma. Dichas células elementales se reunirán en un retículo cristalino. <sup>7, 8</sup>.

La celda elemental se entiende como el agregado mínimo de partículas con posiciones recíprocas fijas, que se repite formando un retículo cristalino estable, el cual se extenderá a todo el cristal.

Podemos encontrar 7 grupos o sistemas cristalográficos que difieren en base a los parámetros y las formas geométricas de las celdas elementales. Debido a la disposición de los átomos, encontramos 14 modelos de celdas elementales; 7 de caras centradas y 7 de cuerpos centrados. <sup>8, 7</sup>



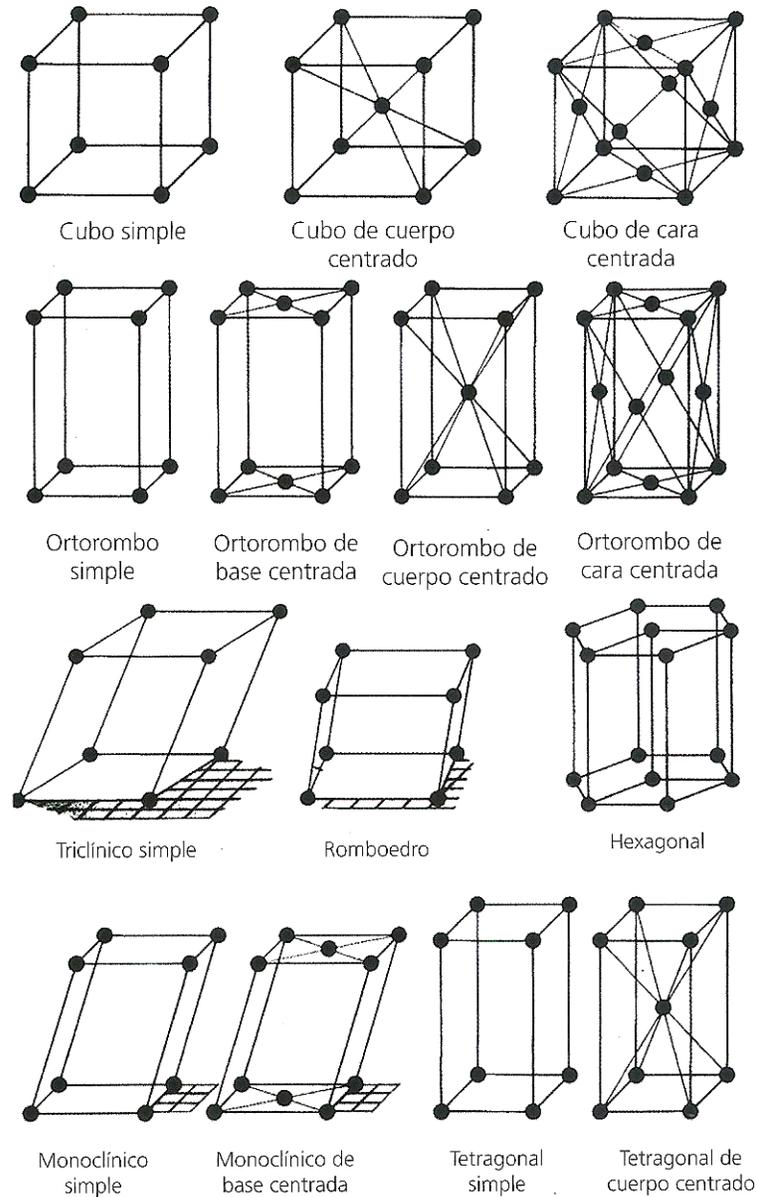
**Figura 5. Celda elemental de los sólidos cristalinos y parámetros de una celda cúbica. <sup>8</sup>**

Existe el fenómeno denominado polimorfismo, que sucede cuando algunos sólidos poseen una composición química similar perteneciendo a grupos cristalográficos diferentes.

La forma de los granos depende del hecho de que el crecimiento de los cristales se realiza en forma ideal a nivel microscópico, es decir, generando un cristal cúbico si la forma de la celda elemental es cúbica.

Las dimensiones de los granos en los sólidos son muy variables pueden ir desde pocos Angstroms hasta un centímetro, conteniendo un elevado número de celdas elementales.

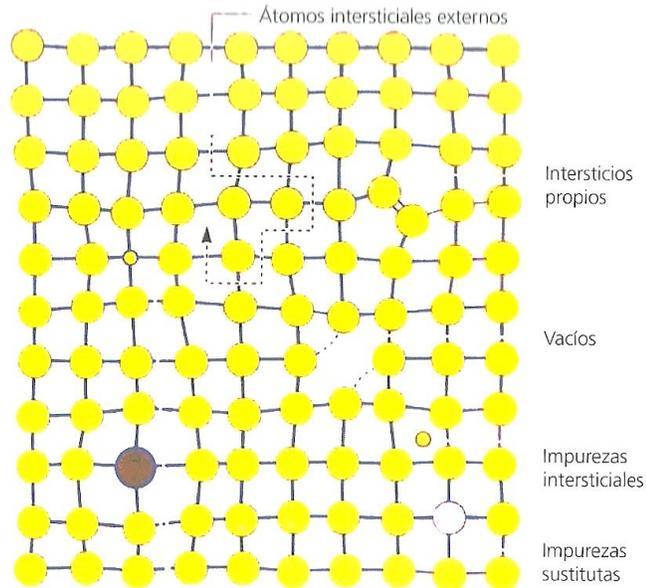
Podemos definir al retículo cristalino como la disposición de las celdas elementales en el espacio, satisfaciendo la condición por la que cada punto está rodeado por la misma configuración.



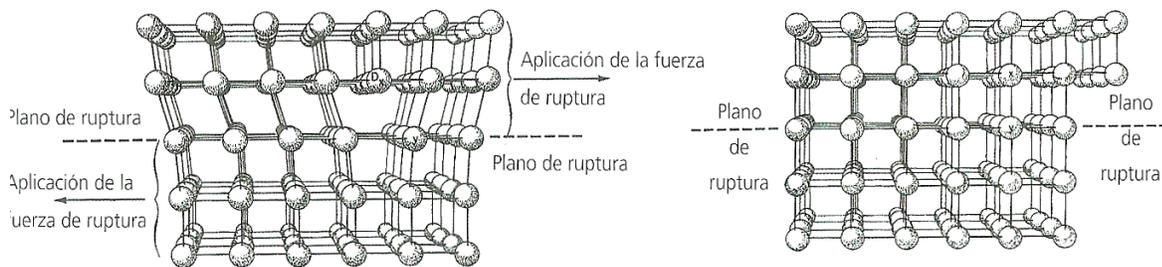
**Figura 6. Grupos cristalográficos clasificados por la forma de celdas elementales de los sólidos cristalinos.<sup>8</sup>**

Sin embargo, existen también imperfecciones en dicho retículo cristalino, que son de varios tipos:

1. Defectos puntuales, que se balancean absorbiendo otros iones o generando vacíos.
2. Defectos lineales, que se dan por el desplazamiento de hileras, de átomos de su posición normal deformando el retículo cristalino.



**Figura 7. Defectos puntuales del retículo cristalino.<sup>8</sup>**



**Figura 8. Defectos lineales del retículo cristalino.<sup>8</sup>**

### 1.1.3. Materiales Cerámicos

La cerámica es un material compuesto inorgánico, no metálico, muy dúctil en su estado natural y rígido después de la fase de cocción en el horno. Proviene del griego antiguo “Kéramos”, cuyo significado es “arcilla” o “tierra de alfarero”.

Los materiales cerámicos que se utilizan en la actualidad presentan diferencias en lo que se refiere a la composición química y la estructura.

Las cerámicas policristalinas con base de Zirconio y alúmina que se usan en odontología pertenecen a la familia de las cerámicas biológicas avanzadas.

Los productos cerámicos son realizados a partir de materias primas en forma de polvos, los cuales deben ser sometidos a través de un proceso de muchas fases.<sup>1, 2.</sup>

### 1.1.4. Cerámicas Dentales

En odontología existen materiales cerámicos diversos, como los yesos, algunos cementos, revestimientos de fusión para aleaciones, algunos abrasivos, materiales de injerto y cerámicas o porcelanas dentales.

Hablando específicamente de las cerámicas dentales, nos referimos a un material inorgánico, no metálico, unido por enlaces covalente e iónicos, cuyas propiedades dependen de los enlaces químicos entre elementos y por la estructura atómica tridimensional.<sup>4, 5, 6.</sup>

El estudio del estado agregado de la materia en las cerámicas para prótesis se lleva a cabo por parte de la ceramografía, a través de la observación por medio de un microscopio electrónico de barrido (MEB), realizado antes y después del agregado de ácido fluorhídrico, para resaltar las fases que componen al material.<sup>97</sup>

Con base a la microestructura es posible distinguir dos grandes familias de cerámicas dentales cuyas propiedades son distintas:

- a) Las cerámicas de silicato; las cuales presentan una estructura bifásica compuesta por una fase amorfa, que es la que brinda la translucidez y poca resistencia a la fractura y una fase cristalina dispersa, responsable de la opacidad y el aumento de las propiedades mecánicas.

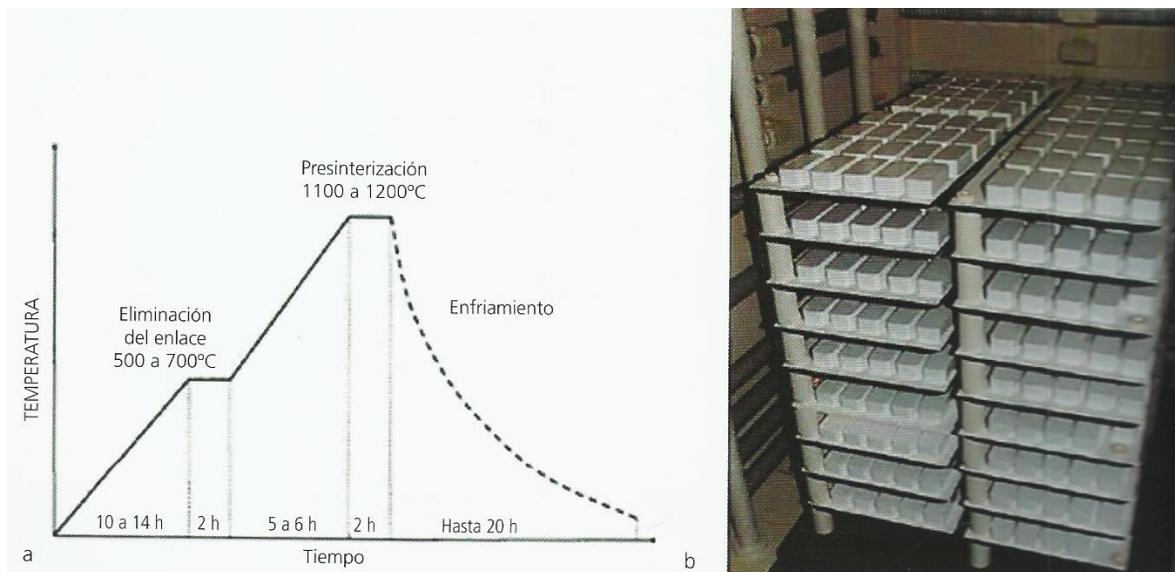
- b) Las cerámicas policristalinas, o también llamadas óxidocerámicas, que presentan un retículo cristalino formado por cristales de contacto, responsable de la opacidad y elevadas propiedades mecánicas.

Las propiedades de los materiales cerámicos dependen de 2 condiciones; su estructura atómica y su elevado estado de oxidación, las cuales van a estabilizar el retículo cristalino, impidiendo:

1. El desplazamiento de los planos atómicos, determinando dureza, resistencia mecánica, intervalo de fusión elevado, rigidez y fragilidad.
2. La vibración de los átomos, fenómeno básico de la transmisión de calor (baja conductividad y difusividad).
3. El desplazamiento de los átomos y la transmisión de electricidad (elevada resistividad, ausencia de potencial de óxidoreducción).

Actualmente la tecnología de fresado de piezas en bruto presinterizadas porosas, ya sea disco-bloque, se ha impuesto sobre la elaboración de bloques en bruto sometidos a sinterización compacta y prensado isostático en caliente (HIP).

Hoy en día, el Zirconio es suministrado en bloques en bruto (blank) que previamente fueron compactados y presinterizados. Debido a esto, el trabajo final o definitivo se produce por elaboración CAD/CAM y sinterización compacta.



**Figura 9. Curva de desenlace-sinterización para la producción de bloques brutos de Zirconio (a) y en bruto en el horno de desenlace-sinterización (b) en horno eléctrico.ª**

#### 1.1.4.1. Fabricación del Polvo

El proceso de fabricación del polvo consta de laboriosos procesos químicos a partir de la arena de Zirconio, para obtener la depuración de impurezas formadas por elementos acompañantes. El óxido de Hafnio ( $\text{HfO}_2$ ) es muy similar al Óxido de Zirconio, por esta razón un porcentaje menor de 5% es aceptado según la norma ISO 13356. <sup>7, 8, 9.</sup>

Además de esto, el aporte homogéneo de itrio ( $\text{Y}_2\text{O}_3$ ) en el retículo cristalino es fundamental para estabilizar en forma duradera la fase tetragonal en todo el volumen. Gracias a este fenómeno que se da en la fase tetragonal, se obtiene una característica llamada tenacidad por transformación de fase.

Existe además otra variación con Alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3 < 0.25\%$ ), con el cual se aumenta la resistencia a la flexión y la degradación hidrotérmica. Se dispone en los márgenes de los granos y reduce la aglomeración y la difusión de  $\text{Y}_2\text{O}_3$ , para así evitar la formación de fases no deseadas.

Posterior a esto se continúa una serie de procesos físicos que permiten obtener un polvo puro compuesto por partículas esféricas  $D(50) < 0.6$ , según la norma ISO 13356 en fase tetragonal, cuya fluidez es una característica relevante para la formación mediante compresión.

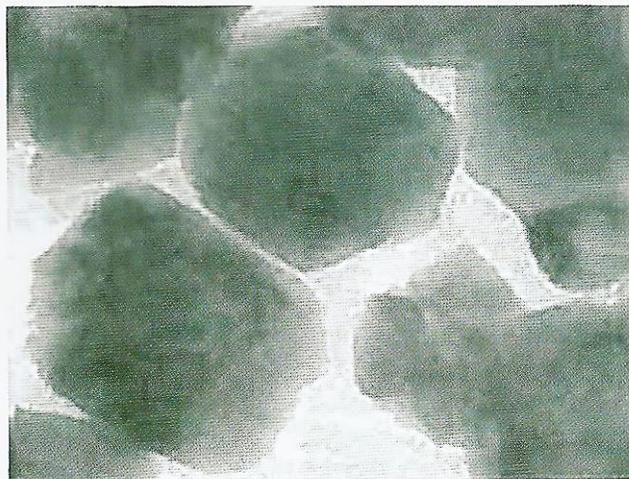
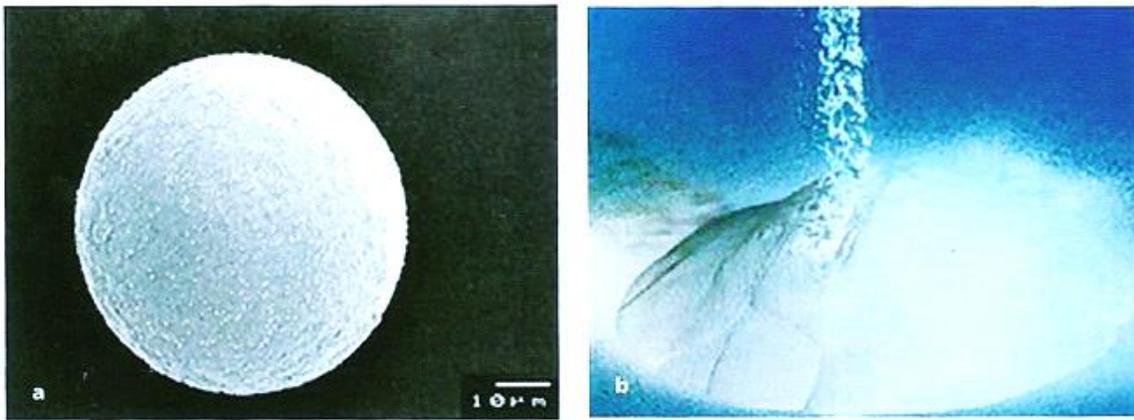


Figura 10 Polvo de Y-TZP observado en MEB con partículas de dimensiones promedio de  $0.09 \mu. ^8$



**Figura 11 Polvo de Y-TZP visto en MEB a 60μ con buena consistencia para su manipulación.<sup>8</sup>**

Después de esto se agregan aditivos en la proporción del 3% del peso para permitir su formación por prensado. Todo esto lleva a la sustancia a un granulado con dimensiones promedio de 60μ.

#### **1.1.4.2. Producción de los Bloques en Bruto**

El proceso de producción en bloques en cuanto a términos de densidad, porosidad y resistencia a la flexión influye en la calidad del producto, ya que no solo la composición del polvo de Zirconio es suficiente, dicho proceso de producción comprende el prensado y la presinterización.

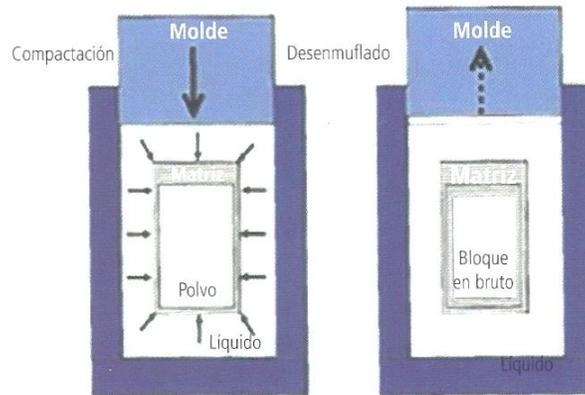
Características como la porosidad o la dishomogenicidad debilitan el material de la siguiente manera: <sup>9</sup>

1. Facilitan la formación de grietas entre los poros.
2. Inducen retardos de sinterización
3. Determinan una conducta de contracción diferente en las diferentes direcciones del espacio.

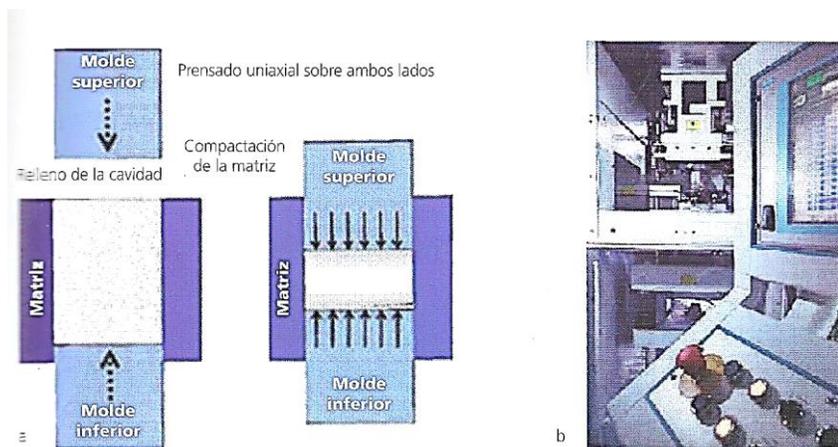
Para que un bloque en bruto de material tenga una densidad homogénea y propiedades de contracción ideales debe ser sometido a un proceso de formación con presiones en el orden de 1000 bar/cm<sup>2</sup>.<sup>9</sup>

Dicho proceso de formación por prensado indica que el polvo sea llevado a un molde de matriz de carburo de tungsteno, en cantidades establecidas por un patrón, el cual será comprimido, ya sea por 1 o 2 pistones (compresión biaxial o uniaxial de doble efecto). Es importante resaltar que dicho proceso es considerado de bajo costo, siendo el más usado por las casas productoras.

Prensado isostático. Matriz en estado húmedo



**Figura 12 Formación de bloques en bruto por medio de compresión isostática. <sup>8</sup>**



**Figura 13 Formación de bloques en bruto por medio de compresión uniaxial de doble efecto (biaxial). <sup>8</sup>**

Existe un segundo proceso de fabricación, llamado prensado isostático en frío, la cual crea una compactación homogénea sobre el polvo, el cual es compactado mediante compresión equitriaxial.

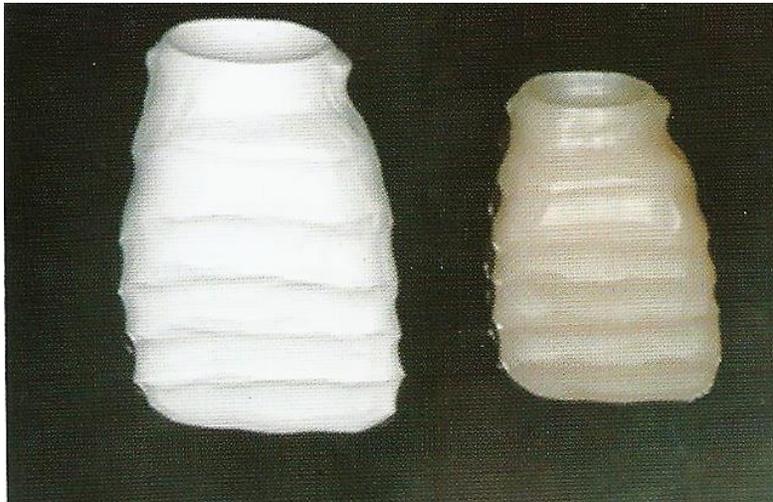
El granulado se sumerge en un molde flexible e introducido en un contenedor, donde con ayuda de un fluido caliente y con presión lo compacta de forma uniforme sobre todos los lados.

Sin embargo, el resultado final presenta una forma irregular, y deben trabajarse una vez más después de la compactación, lo que aumenta costos y pérdidas por desechos del material. <sup>9</sup>

Después de este paso se continúa con el tratamiento térmico de desligamiento y presinterización, el cual se realiza en grandes hornos eléctricos, con un proceso de calentamiento y enfriamiento con duración de 2 a 3 días.

La fase de desligado ayuda volatilizando sustancias orgánicas como condensantes o aglutinantes, los cuales son descompuestos y expulsados sin residuos a 500-700° C. El bloque confiere una estabilidad propia, después de sufrir una contracción de aproximadamente 5%. A este proceso se le conoce como semisinterización o presinterización. <sup>9</sup>

Después del fresado por CAD/CAM se lleva a cabo la sinterización compacta, esta lleva a una contracción lineal aproximada del 20% y una contracción volumétrica del 60%, y con la cual se obtiene una densidad del 99% en teoría. <sup>8,9</sup>



**Figura 14. Variación volumétrica del 25% entre Zirconio pre-sinterizado y sinterizado.**<sup>8</sup>

## **1.2. Restauraciones en Prótesis Parcial Fija (PPF)**

El parteaguas para realizar una preparación biológica es la valoración de las condiciones periodontales del diente a tratar, ya que requerimos de un periodonto sano al momento de realizar la preparación de los dientes. <sup>9, 10, 16.</sup>

El diseño de la preparación dentaria para prótesis fija se basa en 4 principios básicos:

- I. Preservación de la estructura dentaria
- II. Retención y estabilidad
- III. Solidez estructural
- IV. Perfección de los márgenes

Además de reemplazar las estructuras dentarias perdidas, las restauraciones protésicas deben cumplir con el requisito fundamental de preservar el tejido remanente.

Por lo que la preparación debe limitarse en lo posible a otorgarle a la restauración solidez, retención y estética.<sup>3, 4.</sup>

El odontólogo debe estar consciente cuando vaya a iniciar la preparación de un diente, que las cargas que recibirá éste (funcionales o parafuncionales) serán mejor absorbidas y distribuidas mientras mayor sea la cantidad de estructura dentaria presente.<sup>1, 2, 10, 20.</sup>

Además de satisfacer requerimientos estéticos y periodontales, las restauraciones protésicas deben cumplir con un requerimiento mecánico, que es su permanencia in situ. Por otro lado, deben cumplir con condiciones funcionales o fuerzas que tienden a desalojarlo de su posición, hablando específicamente del valor de anclaje de una restauración.<sup>9, 10.</sup>

El valor de anclaje es la capacidad que posee una prótesis fija de permanecer in situ por sí sola (retención) y ante los requerimientos funcionales o parafuncionales (estabilidad).

Esta capacidad es brindada gracias a la configuración geométrica del tallado dentario al entregar a través de la preparación biológica retención y estabilidad.<sup>9, 10.</sup>

El principio fundamental para la retención de una restauración es el paralelismo de dos superficies dentarias opuestas entre sí.

Para cumplir con el requerimiento de estabilidad, el muñón dentario debe encontrarse fuera del arco de rotación de la restauración, para soportar las fuerzas de desalojo provocadas por fuerzas funcionales o parafuncionales.<sup>9, 10.</sup>

Una restauración protésica debe poseer la capacidad de resistir las fuerzas oclusales sin sufrir deformaciones o fracturas. Dicha capacidad la otorga principalmente el grosor de la estructura protésica y se encuentra en relación directa con la profundidad de desgaste del elemento biológico demandado por las diferentes situaciones clínicas.

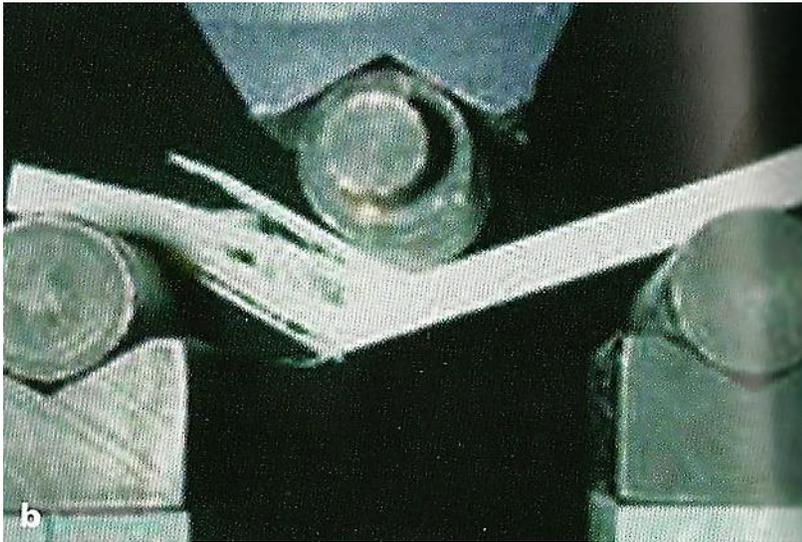
Para esto se debe considerar la terminación cervical o márgenes periféricos de la restauración y su adaptación a la línea de terminación de la preparación biológica. El ajuste marginal de las restauraciones depende de la terminación cervical realizada en la preparación biológica, de la reproducción de márgenes en el modelo de trabajo a través de una excelente impresión.<sup>9, 10.</sup>

## 1.3. Propiedades Físicas de las Cerámicas Dentales.

### 1.3.1. Resistencia a la Flexión

Todos los materiales cerámicos pueden sufrir deformaciones permanentes o transitorias si se les aplica una fuerza. Además, la relación carga aplicada/deformación determinarán sus propiedades mecánicas.

Por medio de máquinas universales es posible medir las propiedades mecánicas de un material ante distintos tipos de esfuerzo, utilizando pruebas de laboratorio, regulados por normas técnicas, métodos específicos, condiciones y geometrías estandarizadas.<sup>3, 5, 8.</sup>



**Figura 15. Máquina de Prueba de Resistencia a la Flexión Monoaxial, según la norma ISO 14704.<sup>8</sup>**

Al realizar una prueba de resistencia a la flexión, la máquina universal realizará trazados en un diagrama de carga/deformación. Estas pruebas pueden ser realizadas mediante ensayos estandarizados (barras) o geometrías efectivas (PPF) utilizando materiales de nueva producción o envejecidos artificialmente con ciclos térmicos en agua y/o simuladores de masticación.<sup>4, 8.</sup>

En el caso de las pruebas estáticas se prevé la aplicación de fuerzas crecientes desde cero hasta la ruptura de la muestra, dicha resistencia se expresará de la siguiente manera:

- En Newtons para expresar la intensidad ejercida sobre geometrías específicas (PPF).
- En  $N/mm^2$  (MPa) para expresar la intensidad que actúa sobre una unidad de superficie, significativa para ensayos estandarizados.

Se denomina resistencia a la amplitud que evalúa la capacidad de un material para resistir las fuerzas externas estáticas.<sup>5, 8.</sup>

Hablando particularmente de la prueba de flexión, se utiliza una máquina universal que aplica una carga estática progresiva creciente, la cual se localiza en el punto medio de una muestra denominada “viga” y sostenida en las dos extremidades de sostén.

Podemos encontrar varios sinónimos para esta prueba, como *Bending Strength* y *Flexural Strength*, cuyos resultados siempre se expresarán en MPa.<sup>4, 5, 8.</sup>

La deformación de la viga aumentará proporcionalmente a la carga aplicada y al cubo de la distancia entre los sostenes; conforme disminuye el aumento del módulo elástico aumenta la amplitud de la base de la muestra y el cubo de ésta misma.

Esta prueba genera una carga combinada, tanto de compresión como de contracción, que afecta el espesor de la muestra con diferentes intensidades:

- La capa interna (más cercana a la flecha) sufre cargas de compresión las cuales son menos críticas porque cierran los defectos de superficie.
- La capa central no sufre cargas.
- La capa externa (más alejada de la flecha) sufre cargas de tracción, siendo críticas ya que producen la activación de defectos de la estructura, las cuales terminarán como fracturas.

#### **1.3.1.1. Clasificación de las pruebas de Resistencia a la Flexión**

La prueba de resistencia a la flexión se puede regir bajo 4 modalidades distintas:

1. Prueba de flexión monoaxial de 3 puntos (*Three point bending test*)
2. Pruebas de flexión monoaxial de 4 puntos Pruebas de flexión biaxial del tipo anillo sobre anillo (*ring on ring*)
3. Prueba de flexión biaxial con pistones sobre esfera (*punch on three balls, pisto non sphere*)



**Figura 16. Prueba de Flexión Monoaxial a tres puntos. <sup>8</sup>**

La fórmula para determinar la resistencia a la flexión por medio de la prueba de flexión en 3 puntos es la siguiente:

$$\sigma_{MOR} = P \cdot L / b \cdot h^2$$

Dónde:

$\sigma_{MOR}$  = Resistencia a la ruptura por flexión

$P$  = carga para la ruptura

$L$  = distancia entre los 2 puntos de sostén

$b$  = Amplitud de la muestra

$h$  = altura de la muestra

En las pruebas de flexión de 4 puntos, el módulo de ruptura se expresa por la siguiente fórmula:

$$\sigma_{MOR} = 3P \cdot L / 2 \cdot b \cdot h^2$$

La prueba a la flexión monoaxial de 4 puntos y las biaxiales son más severas, debido a que someten a cargas máximas pequeños volúmenes de material y aumenta la posibilidad de activar la propagación de fractura de algún defecto. <sup>8</sup>.

Los valores de la prueba monoaxial de 4 puntos son en promedio 30 o 40% menores que los de 3 puntos.

Anteriormente se realizaron pruebas sobre muestras de Zirconio del mismo productor (Lava Frame), donde se destaca la variación de la resistencia característica de Weibull dependiendo de la prueba realizada, obteniendo los siguientes resultados:

- 1066 N/mm<sup>2</sup> para la prueba de flexión sobre 4 puntos
- 1267 N/mm<sup>2</sup> para el pistón sobre esfera
- 1345 N/mm<sup>2</sup> para la flexión monoaxial en 3 puntos

Los estudios que con mayor frecuencia se elaboran in vitro para evaluar las propiedades mecánicas son las pruebas a la flexión estática y cíclica.<sup>3, 8.</sup>

Dichos estudios son realizados sobre materiales vírgenes o después del envejecimiento artificial en agua y con termociclos, utilizando muestras estándar o geometrías efectivas, sobre materiales íntegros o sometidos a trabajos específicos, como coloración, esmerilado o arenado.

Las muestras estandarizadas de Zirconio Virgen (Y-TZP) presentan una resistencia a la flexión de 900-1200 MPa, los cuales son ampliamente superiores a los niveles de esfuerzo provocados por la carga oclusal (50-120 MPa) en su función normal, hasta los 800N/mm<sup>2</sup> en estados de parafuncionalidad.

Los valores a la flexión de muestras de Zirconio para cargas estáticas, individuales y temporales son de 1200 MPa, sin embargo, los valores medidos después de la elaboración son un promedio de 820 MPa. Por otra parte, una incorrecta elaboración conlleva a fracturas catastróficas para valores de 379 MPa de esfuerzo en promedio.<sup>5.</sup>

Es importante resaltar que los procedimientos de coloración con iones que puede recibir el ZrO<sub>2</sub> no alteran las características mecánicas.

En el caso de muestras de geometría efectiva, podemos notar una reducción más marcada de la resistencia, pero estando aún dentro de los límites comparado con las cargas orales maxilares.

Un ejemplo de esto es en prótesis parcial fija (PPF) de 3 unidades con una resistencia a la flexión inicial de 1800MPa, la cual se reduce a 1450 MPa después de ser sometida a un envejecimiento artificial en un simulador artificial de masticación con 1.2 millones de ciclos a 50 N y 100,000 ciclos térmicos de 5°-55° C.

### 1.3.2. Envejecimiento y Degradación

Tanto la composición como la estructura química del material virgen determinan la resistencia mecánica teórica. Sin embargo, estos valores nunca se alcanzan, ya que sobre su resistencia real influyen factores como los defectos de Griffith, los cuales son capaces de generar concentraciones elevadas de esfuerzos en los ápices de las grietas superficiales.<sup>6, 8.</sup>

Dichos defectos son iniciados por dos diferentes causantes:

- La degradación por elaboración mecánica superficial (acabado y fresado)
- La degradación espontánea o envejecimiento

Podemos definir a la degradación o envejecimiento como la disminución de las propiedades mecánicas de las cerámicas con el paso del tiempo. Esta degradación es consecuencia de fenómenos químicos y mecánicos que se potencializan en alternancia:

- La corrosión química causada por el agua (stress corrosión)
- El efecto catalizador de la temperatura

Las grietas en el material se propagan lentamente con el paso del tiempo, a esto se le llama “crecimiento subcrítico de las grietas”, hasta la cesión súbita final, aun siendo el esfuerzo inferior al crítico. Sin embargo, dicho esfuerzo debe alcanzar un umbral del factor de intensidad de los esfuerzos suficiente para activar la propagación de las grietas.<sup>6, 7, 8.</sup>

Se dice que la cavidad oral es un ambiente agresivo, el cual es responsable de la degradación y envejecimiento de los materiales por distintas causas como las que a continuación se describen:

- Las variantes en la temperatura de la cavidad oral causadas por los alimentos, las temperaturas pueden ir desde 0° hasta 67°C, con cambios de temperatura en los dientes y de PPF de 5° a 55°C.
- La presencia de agua, la cual facilita la propagación de fracturas por corrosión química en el ápice de las grietas.
- Las fluctuaciones de pH, ayudando a la solubilidad.
- La intensidad de las cargas masticatorias cíclicas, de 60N a 250N en su función normal, hasta 200N a 600N en oclusión.

- La intensidad de las cargas instantáneas elevadas causadas por parafunciones (bruxismo) que pueden ir de los 500N a 800N, o hasta 1200N.
- La repetitividad de ciclos masticatorios estimados de 800-1400 por día, aproximadamente 300,000 por año en el caso de PPF y 2,000 por año en el caso de prótesis parcial removible (PPR).

### **1.3.2.1. Efecto de las Cargas Oclusales**

Las cargas mecánicas producidas por la masticación son de gran relevancia al estudiar los materiales cerámicos, sumándole aspectos como la temperatura y humedad de la cavidad oral.<sup>8</sup>

Las fracturas catastróficas se derivan de esfuerzos temporales, definidos como críticos, que superan la resistencia de los materiales y ayudan a la rápida propagación de la fractura, causada por sobrecargas oclusales, golpes e impactos.

Para evitar fracturas catastróficas se debe considerar usar materiales con resistencia mecánica y tenacidad a la fractura superiores a las cargas oclusales máximas.<sup>6, 7.</sup>

Sin embargo, cuando el esfuerzo, aun siendo notoriamente inferior al crítico, se repite periódicamente en el tiempo, termina por vencer los valores de resistencia del material.

Cuando se experimenta in vitro, las pruebas se realizan con simuladores de masticación para simular las condiciones de cargas cíclicas. Se realizan de 10,000 a 100,000 ciclos en ambiente seco o húmedo, a una temperatura controlada en un rango de 5° a 55°.

La degradación se considera efecto de la elaboración y envejecimiento, y se le llama así al proceso espontáneo, promovido y acelerado por diversos factores, como los siguientes:

1. La calidad respecto a la composición química, dimensiones reducidas y homogeneidad de los granos del material.
2. Los defectos de grietas por trabajos en la superficie, como el acabado o fresado.
3. La acumulación de microfracturas superficiales por cargas oclusales

4. Los cambios localizados de temperatura o aporte de energía mecánica durante su elaboración.
5. La reacción química con el agua contenida en el ápice de las grietas.

Sin duda, las propiedades mecánicas del Zirconio serán determinadas por la presencia de fase tetragonal a temperatura ambiente, sin embargo, al tratarse de una fase de tipo metaestable, su transformación a fase monoclinal puede provocarse por aportes de energía mecánica o térmica y por reacciones químicas.

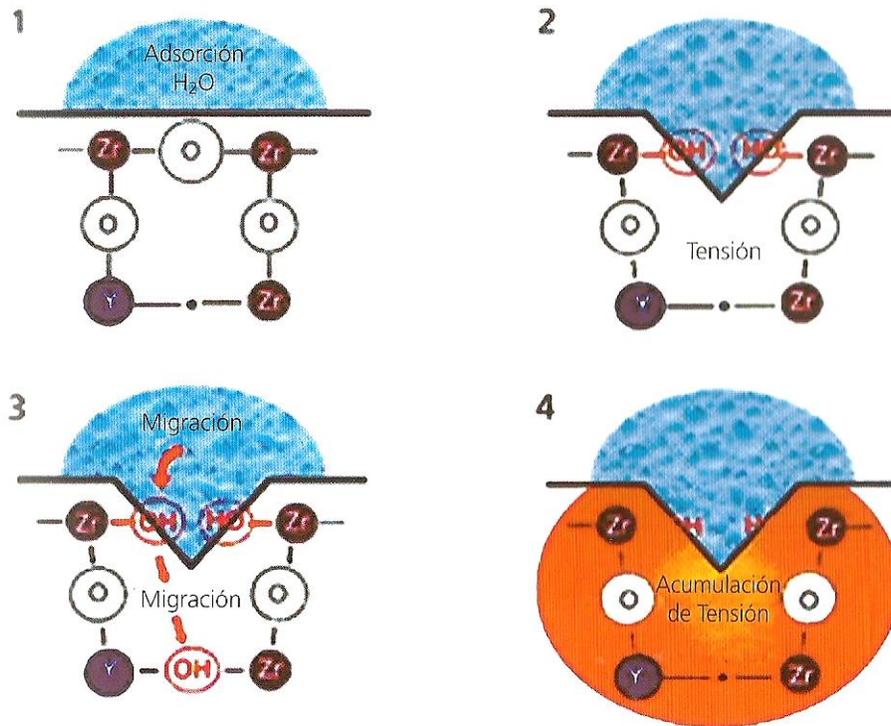
Al aumentar su volumen, las tensiones sobre el borde del grano producen microfisuras superficiales que debilitan este material y facilitan la penetración del agua, por lo que la transformación se da en el volumen de la pieza.

#### **1.3.2.2. Degradación por Elaboración**

Otro fenómeno relevante es la degradación por elaboración, que se puede definir como la aportación temporal de energía mecánica o térmica provocadas por el desgaste y acabado con fresas.

#### **1.3.2.3. Degradación Espontánea (Low Temperature Degradation, LTD)**

Pero sin duda, el fenómeno que más repercute en contra del  $ZrO_2$ , es la transformación hidrotérmica, conocida también como envejecimiento, aging, degradación espontánea, Low Temperature Degradation o LTD. Esto consiste en una serie de reacciones químicas durante la función en la cavidad oral, promovida por la temperatura, el agua y las cargas oclusales cíclicas.

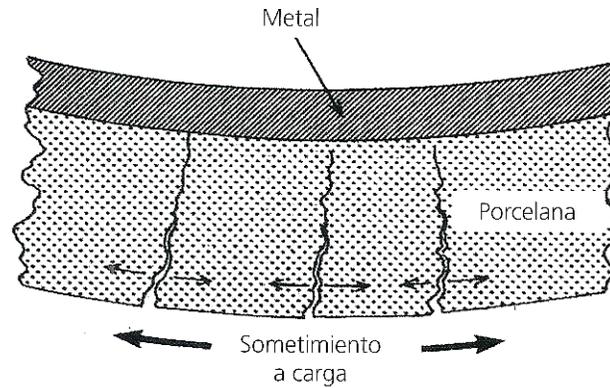


**Figura 17. Transformación Hidrotérmica del Y-TZP. <sup>8</sup>**

El intervalo de temperatura en el cual el Y- TZP sufre un proceso de degradación es de 70 a 250°C bajo un ambiente húmedo, tendiendo a transformar su fase tetragonal a monoclinal, con una pérdida notoria de la resistencia. <sup>6, 2, 3, 8.</sup>

El resultado de la degradación espontánea consiste en la disminución de hasta el 50% de la resistencia a la flexión (500 a 750 MPa).

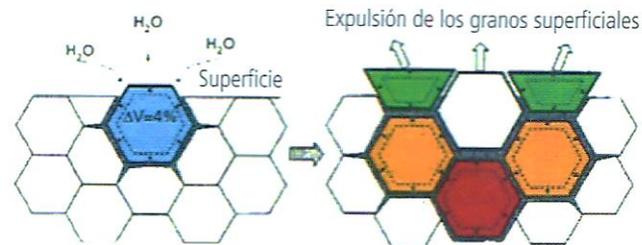
El envejecimiento depende de la transición de fase tetragonal a monoclinal con la formación de grietas superficiales causadas por las diferentes dimensiones de los cristales monoclinales.



**Figura 18 Apertura de fractura en cono de cerámica a partir de los defectos de superficie por acción de cargas oclusales. <sup>8</sup>**

Esta capa se forma después de la interacción del agua con los granos del retículo cristalino, que se favorecen por la temperatura de la cavidad oral y están asociadas con la disminución de las propiedades mecánicas.

La cantidad de fase monoclinal presente en la superficie es proporcional a la magnitud de la degradación, pasando del 2% en material virgen, hasta el 25% de los materiales envejecidos.



**Figura 19 Degradación a baja temperatura del Zirconio. <sup>8</sup>**

El envejecimiento del Y-TZP (sometido a 230°C durante 400 horas) causa la disminución de la resistencia a la flexión sobre 4 puntos, de 819±21 MPa a 556±67 MPa. En las pruebas estáticas y de fatiga después del envejecimiento, los valores de resistencia a la flexión permanecen superiores a la carga de ruptura de 500N en un 80% de las veces.

### 1.3.2.3.1. Control de la LTD

Las industrias productoras de este material tratan de controlar la LTD produciendo Zirconio con cortes finos, homogéneos de sus granos y dopándolos con aditivos.

Hablando de la calidad del material, se ha demostrado que con la presencia de fase cúbica y monoclinal a expensas de la fase tetragonal (fases cristalográficas no homogéneas) existe una anisotropía de los coeficientes de dilatación térmica, siendo esto una fuente de tensión interna durante el enfriamiento de la temperatura por sinterización.

### 1.3.2.4. Dopaje del $ZrO_2$

El dopaje se define como la agregación de aditivos en pocos volúmenes porcentuales, los cuales se localizan en los bordes de los granos para estabilizarlos.<sup>8</sup> Entre los aditivos que se utilizan encontramos los siguientes:

1. Alúmina ( $Al_2O_3$ ) – 0.35%
2. Cerio ( $CeO_2$ )
3. Sílice ( $SiO_4$ )
4. Óxido de Itrio ( $Y_2O_3$ )
5. Oxido de Cobre Y hierro ( $CuO, Fe O_3$ )

Hasta ahora, el dopaje con alúmina se considera el más estudiado y experimentado.

La estabilización de la fase tetragonal depende de 2 diferentes acciones:

- La segregación en los bordes de los granos interfiere en la reacción entre el  $ZrO_2$  y  $H_2O$
- El aumento de la rigidez de la matriz debido a que el módulo elástico de la Alúmina es mayor en comparación con el del Zirconio, y genera cargas por compresión, impidiendo la transición de fase tetragonal a monoclinal.

El  $Y_2O_3$  funciona como estabilizador por coprecipitación, se distribuye homogéneamente en el interior de los granos, y el dopaje actúa como revestimiento o coating, formando óxido de itrio en los bordes.<sup>2, 3, 8.</sup>

Se estima que el porcentaje de Zirconio monoclinal resulta del 5% después de 5 años (in vivo e in vitro), del 10-40% a los 5 años (in vivo), del 80-90% (in vitro) por conservación en agua con temperaturas superiores a 70-100°C, las cuales nunca se alcanzarán en la cavidad oral.<sup>7, 8.</sup>

Con la combinación de fase tetragonal y monoclinal suceden 3 etapas distintas en el material:

- I. Las propiedades mecánicas aumentan por defecto de la tenacidad por formación de fase monoclinal causada por expansión de los granos y cierre de grietas.
- II. El debilitamiento causado por la propagación de microgrietas subcríticas, superando el efecto de las tenacidades y provocando la disminución de la resistencia.
- III. La fractura, produciéndose cuando la grieta alcanza dimensiones críticas, haciendo que el esfuerzo sea mayor que la resistencia a la flexión del material.

## 1.4. Adhesión

Sin duda, uno de los mayores retos en la Odontología Restauradora es fijar sus materiales para reconstruir la parte perdida de la estructura del diente. Utilizando cual sea el método o material se hará siempre referencia a la adhesión.<sup>14, 20.</sup>

La palabra adhesión se deriva del latín *Adhaesio*, cuyo significado es unir o pegar una cosa a otra. Existen varias definiciones de este término, como las siguientes:

- a. Fenómeno por el cual dos superficies colocadas en contacto se mantienen unidas por fuerzas de atracción establecidas entre sus moléculas.
- b. Fuerzas que producen la unión de dos sustancias cuando se ponen en íntimo contacto.

- c. Fenómeno superficial entre dos cuerpos en íntimo contacto, donde al menos uno es sólido, odontológicamente hablando se trataría del tejido dentario.

En el caso de la *adhesión*, la atracción que se produce es entre moléculas diferentes; cuando se trata de moléculas de la misma clase se denomina *cohesión*. Estos fenómenos se dan por fuerzas físicas, químicas o ambas.<sup>16, 17, 18.</sup>

En el ámbito odontológico, este fenómeno se da al unir un sustrato sólido (estructura dental) con el biomaterial a aplicar, existiendo una interfase de adhesión diente-restauración. Una interfase se denomina como la superficie de contacto entre 2 fases no miscibles.<sup>14, 15.</sup>

Para que exista la adhesión se debe contar con 2 sustratos, un sólido (esmalte o dentina) y el otro siendo el biomaterial a aplicar, el cual puede ser un sólido semisólido (agente adhesivo)<sup>18.</sup>

#### **1.4.1. Adhesión al Esmalte**

El esmalte humano es el único tejido hipermineralizado que se deriva del ectodermo. Está compuesto en un 96% por cristales inorgánicos de hidroxiapatita, 3% de agua y 1% de matriz orgánica.<sup>14, 15.</sup>

Es un tejido microcristalino, acelular, avascular que reacciona ante cualquier agente físico, químico o biológico con pérdida de estructura, cuya magnitud dependerá de la intensidad del estímulo.<sup>18, 19, 20.</sup>

La adhesión al esmalte requiere de 3 características en su superficie:

- I. Biselado o coincidente con la dirección de las varillas adamantinas.
- II. Activa y de alta energía superficial.
- III. Humectable y compatible.

Está demostrado que el ácido fosfórico aplicado en el esmalte aumenta considerablemente la retención de los biomateriales al tejido adamantino.<sup>17, 18, 19, 20.</sup>

La activación de la superficie del sustrato se logra eficientemente a través del acondicionamiento con ácido fosfórico al 15, 32, 35, 37 o 40%, que aplicado sobre la superficie del esmalte desmineraliza y elimina la matriz inorgánica e hidroxiapatita de las varillas adamantinas, formando microporos o microsurcos.

El ácido transforma el esmalte intacto que es de baja energía superficial, en un área activa, limpia, desmineralizada y de alta energía superficial.<sup>14, 15, 16.</sup>

### 1.4.2. Adhesión a la Dentina

Aunque los mecanismos de adhesión al esmalte posibilitan lograr el éxito clínico, aún no son comprobados y totalmente discutidos los métodos y sistemas de adhesión a la dentina.

El primer intento de conseguir un agente adhesivo le corresponde a Hagger (1951), desarrollando el GPDM o ácido glicerofosfórico dimetacrilato. Posteriormente se demostró que este agente aumentaba la adhesión a la dentina por penetración superficial y formación de una capa intermedia, llamada híbrida.

La dentina normal está compuesta por una matriz colágena en un porcentaje del 18%, cristales de Hidroxiapatita en un 70% y agua en un 12%.<sup>14, 15, 16, 17, 18, 19, 20.</sup>

La adhesión en la dentina requiere de:

- Superficies activas y de alta energía superficial
- Superficies humectables e imprimibles por el adhesivo
- Interfaz sellada u obliterada permanentemente
- Compatibilidad físico-química y biológica

### 1.4.3. Adhesión con Ionómeros de Vidrio

La adhesión no se debe restringir sólo al uso de agentes poliméricos, es muy común que se deje a un lado la posibilidad de usar materiales constituidos por sílice, alúmina y ácido polialquenoico. Existen varios materiales cementantes de aplicación odontológica, como los cementos de policarboxilato de zinc, y los ionómeros de vidrio.<sup>14, 17, 18, 19, 20.</sup>

Los ionómeros de vidrio fueron desarrollados por A. D. Wilson y B. E. Kent, se dice que este material constituye el grupo de materiales restauradores que más ha evolucionado, tanto por las modificaciones a sus componentes como por el mejoramiento de sus propiedades.<sup>18, 19, 20.</sup>

### 1.4.3.1. Clasificación de los ionómero de vidrio

La manera más práctica de clasificar a los Ionómeros vítreos es con base a su composición y reacción de endurecimiento<sup>15-16</sup>:

- Ionómeros de Vidrio convencionales
- Ionómeros de Vidrio modificados con resina: fotopolimerizables y autopolimerizables.

Otra forma de clasificarlos es según su indicación clínica <sup>15-16</sup>:

- Tipo I – Cementación de restauraciones indirectas
- Tipo II – Reconstrucción o restauraciones directas
- Tipo III – Base cavitaria.

Todo ionómero consta de 2 componentes:

a) Polvo (Vidrio)

Consta de un vidrio amorfo de sílice y alúmina modificado con fluoruros y óxidos metálicos. Hasta hace unos años, este polvo contenía Fluoruro de calcio, el cual fue reemplazado por Fluoruros de estroncio.

b) Líquido (ácido)

Es una solución acuosa al 40-45% de ácidos polialquenoicos, lo que hace al material hidrófilo, pudiendo mantener sus propiedades adhesivas aún en un ambiente húmedo. El agua es elemental para que se produzca la reacción ácido-base, permitiendo la ionización de los poliácidos. Además, se agrega ácido tartárico (5-15%) para controlar el tiempo de endurecimiento.

Dicho esto, se entiende que la denominación de Ionómero Vítreo es debido a la presencia de un líquido polimérico en estado iónico y un Vidrio en polvo.

Ionómero Vítreo Convencional	
Polvo	Líquido
Sílice	Ácido Poliacrílico
Alúmina	Ácido Tartárico
Fluoruros	Agua

<b>Ionómero Vítreo con resinas fotopolimerizables</b>	
<b>Polvo</b>	Líquido
<b>Sílice</b>	Ácido Poliacrílico
<b>Alúmina</b>	Copolímeros carboxílicos
<b>Fluoruros</b>	Monómero hidrófilo soluble (HEMA)
<b>Fotoiniciadores</b>	Radicales Metacrílicos - Agua
<b>Ionómero Vítreo con resinas autopolimerizables</b>	
<b>Polvo</b>	Líquido
<b>Sílice</b>	Ácido Poliacrílico
<b>Alúmina</b>	Copolímeros carboxílicos
<b>Fluoruros</b>	Monómero hidrófilo soluble (HEMA)
<b>Catalizador</b>	Radicales Metacrílicos - Iniciador
<b>Activador</b>	Agua

Tabla 2. Composición de los diferentes tipos de Ionómeros Vítreos Fuente Directa

#### 1.4.4. Adhesión en Prótesis Fija (Cementos Resinosos)

La composición de los cementos resinosos se basa en una matriz orgánica y una matriz inorgánica, las cuales son integradas por el silano.

La técnica de cementación adhesiva es considerada como uno de los momentos clave, debido a que es un proceso complejo, susceptible a variaciones y tiene un tiempo de trabajo limitado. <sup>14, 15, 16, 17.</sup>

##### 1.4.4.1. Clasificación de los cementos Resinosos

Los cementos resinosos pueden ser activados químicamente, fotoactivados y presentar doble activación <sup>18, 19, 20.</sup>

La activación química se considera la mejor opción para la cementación de postes no metálicos y restauraciones protésicas metálicas. Mientras que los de doble activación son los de elección al tratar con prótesis libres de metal.

##### 1.4.4.1.1. Cementos Resinosos Químicamente Activados

Producen una reacción peróxido-alúmina, después de mezclar la base con el catalizador, para que inicie el endurecimiento. Estos materiales no se consideran estéticos por el hecho de que arrojan un color blanco opaco y no ofrecen una gran variedad de tonalidades.

#### **1.4.4.1.2. Cementos resinosos Fotopolimerizables**

Contienen fotoiniciadores que se activarán gracias a un haz de luz. Indicados para cementar restauraciones translúcidas y de poco espesor.

#### **1.4.4.1.3. Cementos resinosos duales (doble activación)**

En ellos se encuentran presentes fotoactivadores como una forma adicional al sistema de iniciación de endurecimiento, siendo la mezcla de pasta base con catalizador la reacción de activación inicial. El sistema activado por luz aumenta el grado de conversión de monómeros a polímeros, y así mejora las propiedades físicas del cemento.<sup>14, 15, 16.</sup>

#### **1.4.5. Cementación Adhesiva de Piezas Metálicas**

Si comparamos el método de cementación adhesiva con el convencional podemos decir que el adhesivo es un procedimiento más complejo que consume un mayor tiempo de trabajo, tiene un costo más elevado y exige al clínico total conocimiento del procedimiento. Aunque es posible el uso de un cemento adhesivo cuando está indicado uno convencional, se debe considerar al aislamiento absoluto como requerimiento. Además de que en PPF no es siempre una opción viable.<sup>17, 18.</sup>

Podemos describir la cementación adhesiva de prótesis metálicas como un protocolo riguroso, el cual consta de 3 pasos:

##### **I. Preparación de la superficie de la restauración.**

Después de probar y ajustar la preparación en el diente, se arena en la parte interna con Óxido de Aluminio durante 4-6 segundos a una presión de 60-80 lb/pulg<sup>2</sup>, con el objetivo de crear una capacidad micro retentiva en la restauración. Posteriormente se coloca la restauración en ultrasonido durante 5 minutos y se seca.

##### **II. Preparación del diente**

Se limpia el diente a tratar con piedra Pómez y se realiza el acondicionamiento ácido del esmalte y dentina con ácido ortofosfórico al 32-38% durante un lapso máximo de 30-15 segundos respectivamente. Para finalmente enjuagar y secar.

### III. Cementación adhesiva propiamente dicha:

Se debe utilizar un cemento de activación química, que presente afinidad adhesiva con el metal. Se mezcla la base con el catalizador y se posiciona en la restauración, para que pueda ser colocada en el diente a cementar. Se retiran los excesos posibles con un explorador e hilo dental. Además, se puede colocar glicerina en gel en los márgenes de la restauración para evitar el contacto con el oxígeno del medio cementante y así conseguir una polimerización completa.

## 1.5. Mojabilidad

La mojabilidad se puede describir como la preferencia que posee un sólido para permanecer en contacto con un fluido en lugar de algún otro. Utilizar el término "preferencia" describimos adecuadamente el equilibrio de las fuerzas superficiales e interfaciales. Se dice que una gota de fluido preferentemente humectante desplazará a otro fluido.<sup>11</sup>

Otro concepto de mojabilidad se define como la tendencia de un fluido a extenderse o adherirse a una superficie sólida en presencia de otros fluidos inmiscibles.<sup>11, 12</sup>

### 1.5.1. Tensión Superficial

Antes de definir el ángulo de contacto, debemos tener claro el concepto de tensión superficial, pues se encuentran en una estrecha relación.<sup>11, 12, 13</sup>

La tensión superficial de un líquido está asociada a la cantidad de energía necesaria para aumentar su superficie por unidad de área, o de forma recíproca, a la fuerza normal que actúa por unidad de longitud. Es causada por los efectos de las fuerzas intermoleculares que existen en la interfase y dependerá de la naturaleza del líquido, del medio que le rodea y de la temperatura. Líquidos cuyas moléculas tengan fuerzas de atracción intermoleculares fuertes tendrán tensión superficial elevada.<sup>13</sup>

Las moléculas del interior de una masa líquida están sometidas a un campo de fuerzas uniforme, que hace que la fuerza resultante sea nula, por lo que se encuentra en equilibrio. Esta situación no se produce en las moléculas que forman la interfase, donde el campo de fuerzas deja de ser uniforme.

En este caso los átomos no solamente están sujetos a las fuerzas interatómicas de su propia fase, sino también a las fuerzas derivadas de la proximidad de átomos de distinta fase. Debido a estas interacciones, surge una fuerza resultante neta que actúa en los átomos de la interfase. Tiene un valor no nulo y está dirigida hacia el interior del líquido.

11, 12.

El campo de fuerzas generado trata de conseguir el equilibrio característico existente en el interior, minimizando el número de átomos sometidos a estas fuerzas, lo que provoca que la superficie del líquido se altere disminuyendo su área y su energía superficial.

### **1.5.2. Ángulo de Contacto**

Un parámetro muy importante para definir la mojabilidad es el ángulo de contacto entre dos fases, comprendidas por un sólido y un líquido.

Cuando se coloca una gota de agua sobre una superficie es posible que el líquido no se extienda por completo, sino que sus bordes formen un ángulo.

Es relevante conocer el fenómeno de mojabilidad cuando hablamos de producción de materiales cerámicos y su unión con materiales metálicos, sin embargo, la investigación experimental de la mojabilidad conlleva numerosos problemas, ya que se requieren equipos de experimentación sofisticados, una alta pureza de los materiales, eliminación de los efectos no deseados del ambiente y técnicas complejas de la evaluación de los resultados.<sup>11, 13.</sup>

La evolución del ángulo de contacto con el tiempo, su interacción con la superficie, los distintos métodos matemáticos de medida y las numerosas variables que influyen en el proceso, son factores adicionales que deben tenerse en cuenta y que complican aún más el estudio de la mojabilidad.

Hablando de propósitos prácticos, si el líquido forma un ángulo mayor de  $90^\circ$  se dice que el líquido no mojará al sólido, debido a que la gota tiende a moverse con facilidad sobre la superficie y no se introducirá por capilaridad al sólido. Caso contrario, se considera que un líquido moja un sólido únicamente si el ángulo de contacto es cero,

por lo que se deduce que el líquido está totalmente esparcido o extendido en la superficie del sólido. <sup>11</sup>.

Al tratarse de sólidos policristalinos, las superficies tienen heterogeneidades debido a impurezas, por lo que se habla entonces de un ángulo de contacto aparente para una superficie compuesta.

Otro factor relevante es la histéresis, ya que el valor del ángulo de contacto depende de si el líquido avanza sobre el sólido o retrocede en él (generalmente el valor es mayor cuando avanza que cuando retrocede). La histéresis se mide gracias a la diferencia entre los ángulos de contacto medidos de avance y retroceso.

Una explicación de este fenómeno de histéresis es que el trabajo de adherencia entre líquido y superficie sólida es diferente si está seca o si se ha mojado previamente, debido a que el líquido es adsorbido en la superficie del sólido en la cual penetra hasta cierta distancia y que esta adsorción aumenta en vez de reducir la tensión superficial sólido/aire.

Parece evidente que cuanto más limpia sea la superficie será menor la histéresis del ángulo de contacto. Un ángulo de contacto de avance grande se debe a la presencia de alguna película que impide al líquido adherirse bien al sólido. <sup>11, 12, 13</sup>.

## 2. ANTECEDENTES

La era actual ha sido denominada como la edad de la cerámica debido a que el hombre ha sido capaz de encontrar nuevos materiales para su uso industrial o biomédico.

En tiempos recientes el desarrollo del dióxido de zirconio ha permitido un avance notable en la odontología libre de metal, proporcionando una alta biocompatibilidad, una mejor estética y una mayor resistencia del material. <sup>2</sup>

Gracias a las mejoras significativas en la resistencia a la fractura la diferencia entre las propiedades de las cerámicas y los metales se han reducido al mínimo.

El zirconio es un metal con brillo argénteo, el cual en su forma pura es blando y dúctil. Es un elemento relativamente común en la corteza terrestre. Representa el 17º lugar en abundancia relativa, incluso por encima de otros metales considerados más comunes; como el cobre y el estaño. <sup>8</sup>

Al utilizar el término dióxido de zirconio nos referimos al material natural presente en la naturaleza de forma monoclinical; el cual fue aislado por el químico M. H. Klaproth en 1798. Sin embargo, es un material impuro que no se recomienda para la elaboración de estructuras.

Aunque el dióxido de zirconio fue descubierto hace décadas, se considera a este material como novedad. La palabra zirconio proviene de la palabra árabe Zargón (color dorado), que a su vez se deriva de 2 palabras persas Zar (oro) y gun (color).

El dióxido de zirconio fue descubierto por el químico alemán Martin Heinrich Klaproth en 1789, y posteriormente fue separado por el químico sueco Jons Jakob Berzelius en 1824. <sup>2</sup>

La investigación y desarrollo del zirconio con fines biomédicos se inició a finales de los años sesenta, cuando Helmer y Driskell publicaron el primer documento sobre las diferentes aplicaciones del zirconio.

El dióxido de zirconio estabilizado en forma tetragonal es la cerámica técnica, disponible en versiones como:

1. Tetragonal Zirconia Polycrystal (Y-TZP): estabilizado con óxido de Itrio ( $Y_2O_3$ )
2. Partially Stabilized Zirconia: estabilizado con óxido de Magnesio o Calcio (MgO/CaO)

Desde entonces, investigaciones de Garvie y Nicholson se han centrado en el dióxido de zirconio parcialmente estabilizado con Itrio (YPSZ), la cual presenta una alta biocompatibilidad y una mejor resistencia a la fractura.<sup>2</sup>

Actualmente, el dióxido de zirconio estabilizado con Itrio debe cumplir los requisitos descritos por la norma ISO 13556.

Gracias al desarrollo de los sistemas CAD/CAM, la odontología ha tomado un papel muy importante en el uso biomédico del zirconio, teniendo varias aplicaciones para su uso como coronas, implantes, endopostes y brackets.

El desarrollo del dióxido de zirconio en el ámbito odontológico puede desenvolverse en aspectos como:

- a) Las propiedades mecánicas para reducir los espesores de estructuras y conectores protésicos, como la tenacidad a la fractura.
- b) La resistencia a la corrosión y biocompatibilidad.
- c) La baja conductibilidad térmica que posee, comparándolo con la alúmina, y reduciendo la posibilidad de irritación pulpar.
- d) Su hipoalergenicidad.
- e) La potencialidad estética que se puede lograr.
- f) La reducida adhesión de bacterias patógenas, comparándolo con el titanio.
- g) La radiopacidad similar al de otras aleaciones metálicas.

El dióxido de zirconio tiene un enlace químico oxídico iónico, entre el ion  $Zr_{4+}$  y el  $O_{2-}$ . Gracias a su alta oxidación este material se comporta como cerámica y no como un metal. Se le da el nombre de oxidocerámica al grupo de sustancias inorgánicas no metálicas con estructura policristalina de granos finos.<sup>8</sup>

Su retículo cristalino se presenta en 3 formas cristalográficas con diferentes parámetros dimensionales y geométricos, los cuales son reversibles en relación con la temperatura (polimorfismo).<sup>8</sup>

A temperatura ambiente el mineral está en fase monoclinical estable (m) y al aumentar la temperatura el retículo se convierte inicialmente en tetragonal en un rango de temperatura de 1773° aproximadamente.

Posteriormente se convierte en fase cúbica (c) a una temperatura aproximada de 2730°C. Y, por último, la fusión de este material se produce a unos 2690°-2700°.<sup>8</sup>

Se puede producir también un efecto reversible durante el enfriamiento de este mineral, pero sucediendo a temperaturas un poco desplazadas, por ejemplo:

La transformación de fase (t) a fase (m) es de alrededor de los 1050<sup>o</sup>-950<sup>o</sup>C a partir de su temperatura de sinterizado (1300<sup>o</sup>-1500<sup>o</sup>)<sup>8</sup>.

Sin embargo, dichas transformaciones reversibles implican una expansión del retículo: de fase (c) a (t) en aproximadamente un 2.5%, de fase (t) a (m) en un 3 o 4%. <sup>8</sup>

La dilatación de la fase monoclinical produce tensiones en el material causantes de microfrazas hasta la disgregación: dicha problemática fue resuelta con la posibilidad de estabilizar la fase (t) y (c) a temperatura ambiente con óxidos denominados estabilizadores. (Ruff -1929, Garvie, 1975).<sup>8</sup>

Cuando tenemos el dióxido de zirconio en fase (t) la presencia de fase (c) va en detrimento de las propiedades mecánicas por las siguientes dos razones:

- Los bordes de los granos cúbicos operan como concentradores de tensión por la diferencia de dimensiones con respecto a la fase (t)
- Disminuye su estabilidad ya que drenan itrio a partir de los granos tetragonales.

Al utilizar la palabra dopaje (*doping*) nos referimos al agregado de sustancias extrañas a un material en porcentajes pequeños, con el fin de modificar sus propiedades.

Este fenómeno se emplea para disminuir la temperatura de transformación del dióxido de zirconio mediante el agregado de óxidos, para conseguir una estabilización de la fase (t) a temperatura ambiente, y conseguir las condiciones necesarias para utilizar la cerámica técnica.<sup>8</sup>

Las características de estas cerámicas son:

- Zirconio plenamente estabilizado (FSZ)
- Zirconio parcialmente estabilizado I y II (PSZ)
- Zirconio totalmente estabilizado o zirconio tetragonal policristalino (TZP)

Sin importar el óxido que se utilice para su estabilización, la PSZ consta de dos matrices; una de granos cúbicos de 40-70 micrones de diámetro, y otra en su interior de cristales dispersos tetragonales con un diámetro de 100 a 200 micrones. <sup>8</sup>

En el caso del Y-TZP se agrega de 2 a 3 mol% de  $Y_2O_3$ , el cual equivale al 4-6% del volumen total, para mejorar las propiedades mecánicas por los siguientes motivos:

1. El retículo cristalino se encuentre casi totalmente en fase (t) a temperatura ambiente, con algunas trazas de (c)
2. Posee granos tetragonales de diámetro homogéneo (0.3-0.5 micrones)

Las dimensiones y homogeneidad de los granos del dióxido de zirconio son de vital importancia para las propiedades del material, y varían entre los distintos productos, teniendo las siguientes características:

- Granos más pequeños disminuyen la porosidad y aumentan la resistencia con respecto a materiales de granulometría mayor.
- Granos de forma y dimensiones no homogéneas que presentan anisotropía de los coeficientes de dilatación térmica.

La fase (t) es metaestable y después de recibir energía externa, como mecánica o térmica, o por degradación espontánea en el tiempo (low temperature degradation LTD) desencadena la transformación de fase (t) a (m) con el consecuente debilitamiento de las características mecánicas. .<sup>8</sup>

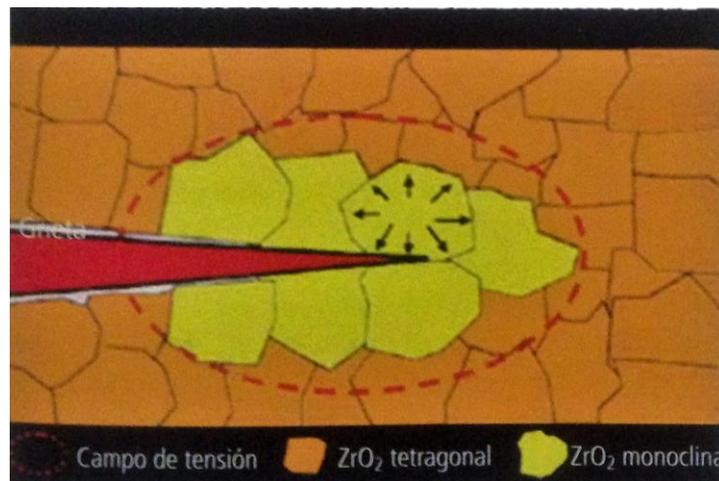


Figura 20. Tenacidad por transformación de fase. <sup>8</sup>

### 3. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

En los últimos años se ha incrementado el interés por el uso de la cerámica libre de metal para prótesis fija dentosoportada o implantosoportada, sin embargo, no se han obtenido los resultados deseados. El uso del dióxido de zirconio estabilizado (principalmente con Itrio) ha sido una buena opción en la búsqueda de un material con propiedades físicas, estéticas y biocompatibles óptimas.<sup>1</sup>

El zirconio (Zr) es un elemento químico cuyo número atómico es 40, y su peso atómico es 91.22 g/mol, y se encuentra situado en el grupo 4 de la tabla periódica. Es un metal duro, de color blanco grisáceo el cual es resistente a la corrosión. Y en los últimos años se ha aplicado en la Odontología Restauradora Estética en forma de un material cerámico denominado dióxido de zirconio ( $ZrO_2$ ). El  $ZrO_2$  (considerado como un cerámico dentro de la clasificación de materiales) tiene una estructura cristalina monoclinica al estar en su estado puro y a temperatura ambiente; la cual puede cambiar a una fase tetragonal al elevar su temperatura. Su cambio estructural es reversible y produce cambios dimensionales que pueden ocasionarle grietas.<sup>5, 6, 8</sup> Después de haber sido expuesto a grandes temperaturas y disminuir su temperatura se generan grandes tensiones que pueden llevar a este material a la fractura.<sup>2, 3, 7, 8</sup>

De tal manera, para contrarrestar esto los fabricantes le han agregado 2 o 3% de óxido de Itrio para lograr estabilizar parcialmente su fase tetragonal. El objetivo del óxido de itrio es poder estabilizar cerámicas formadas casi por completo de Zr en su fase tetragonal y a temperatura ambiente, ya que esta modificación propicia que el  $ZrO_2$  adquiera propiedades mecánicas superiores al zirconio puro. Y según diversos autores tiene una resistencia a la flexión de 1600 MPa.<sup>1, 2, 14</sup>

Es importante destacar que las principales ventajas del zirconio son: su biocompatibilidad, alta resistencia mecánica y su estética. Además de su baja conductividad térmica, esto hace que en pacientes portadores de restauraciones de este material no presenten algún tipo de sensibilidad por cambios térmicos, contrario a los metales.<sup>1, 3, 8</sup>

Sin embargo, este material no está libre de complicaciones, como: el estrés creado durante su fabricación y su alta opacidad. Debido a esta última característica en una primera aplicación dental se optó solo por utilizarse como núcleo para su posterior estratificación con cerámica.<sup>5, 6</sup> Y gracias a la integración de aditivos a este material, se

ha logrado obtener una mayor translucidez en las restauraciones, incluso monolíticas.<sup>6, 8, 9.</sup>

Por otra parte, para poder cambiar de fase cristalográfica de este cerámico y así obtener las propiedades físico-mecánicas óptimas para un desempeño bucal adecuado; se tiene que aplicar un ciclo de sinterización. Sin embargo, el tiempo prolongado que comprende la sinterización de este material es otro de los inconvenientes, ya que es necesario someterlo a un tratamiento cuya duración ronda entre las 6 y 12 horas.<sup>5, 6, 8.</sup> Debido a esto, los fabricantes de este material dental, han diseñado nuevos hornos de sinterización, teniendo como ventaja la aplicación de ciclos más cortos.

No obstante, se debe considerar que el tiempo de sinterización determina la contracción que sufre el material y por ende de la restauración; repercutiendo directamente en el tamaño de grano que se sinteriza y además puede provocar una alteración en la resistencia mecánica y la translucidez que presenta.<sup>8</sup>

Aunado a esto, la controversia comienza cuando algunos fabricantes de hornos indican que el tiempo y temperatura de sinterización y sus ciclos deben ser determinados por el número de restauraciones que se pretenden sinterizar, la composición química del material y no particularmente del horno.

Actualmente la ENES Unidad León cuenta con un equipo con tecnología CAD-CAM de punta el cual se considera un sistema abierto, ya que puede fresar y sinterizar cualquier marca de  $ZrO_2$  a través de una fresadora Roland DWX-50® (Roland DGA Corporation) y un horno de sinterización Nabertherm P310® (Nabertherm GmbH). Sin embargo, no se cuenta con información fehaciente que ratifique que al utilizar un horno programable sea posible la obtención de restauraciones que tengan un desempeño físico-químico adecuado.

Es por eso que contemplando todo lo antes mencionado nos surge el interés por estudiar el efecto del ciclo de sinterización (tiempo y temperatura) en la contracción post-sinterización, en el contenido de fases cristalográficas, en la resistencia a la flexión, en la mojabilidad superficial y en la composición química final de muestras de  $ZrO_2$  de las marcas NexxZr T® (Sagemax WA USA), Incoris TZI® (Sirona Bensheim Germany), Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) y Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) ya que según cada fabricante recomienda un ciclo de sinterización aplicado bajo los estándares de sus propios hornos.

#### **4. JUSTIFICACIÓN**

Las restauraciones de dióxido de zirconio estabilizado con Itrio elaboradas bajo los sistemas CAD-CAM se caracterizan por su corto tiempo de fabricación, así como las propiedades físicas que proporcionan y la gran cantidad de indicaciones recomendadas para su uso; sin embargo, es esencial el proceso de sinterización para obtener un desempeño físico-químico adecuado. Es ahí donde se centra la problemática, pues el fabricante de cada material recomienda que dicho ciclo de sinterización sea aplicado bajo los estándares del horno de sinterización que es proporcionado para cada uno de sus respectivos materiales.

La razón de realizar este estudio es evaluar la contracción post-sinterización, el contenido de fases cristalográficas, la resistencia a la flexión, la mojabilidad superficial y la composición química final de muestras de diferentes marcas de dióxido de zirconio utilizando un horno convencional (programable) siguiendo las condiciones de sinterización y especificaciones del fabricante para cada uno de los materiales, y de esta forma comprobar que su utilización es idónea y no existen alteraciones en el material y en la restauración.

#### **5. HIPÓTESIS**

El ciclo de sinterización repercutirá directamente en la contracción post-sinterización, así como en la resistencia a la flexión, el contenido de fases cristalográficas (monoclínica y tetragonal), la mojabilidad y la composición química final de las muestras elaboradas de cada uno de los cuatro materiales a estudiar.

## **6. OBJETIVO GENERAL**

Analizar el comportamiento de diferentes marcas  $ZrO_2$  estabilizado con Itrio después de haber sido sometidas a un ciclo de sinterización indicado por su respectivo fabricante por medio de un horno programable Nabertherm P310.

### **6.1. OBJETIVOS ESPECIFICOS**

- Medir la resistencia a la flexión y módulo elástico de muestras elaboradas con dióxido de zirconio de 4 marcas mediante la aplicación de un ensayo de flexión.
- Medir el ángulo de contacto en la superficie de muestras elaboradas con dióxido de zirconio de 4 marcas.
- Realizar un análisis composicional por medio de una espectroscopia de fotoelectrones emitidos por rayos X (XPS) de cada uno de los materiales antes y después de la aplicación del ciclo de sinterización.
- Realizar un análisis de fases cristalográficas por medio de una espectroscopia de fotoelectrones emitidos por rayos X (XRD) auxiliada de una espectroscopía RAMAN de cada uno de los materiales antes y después de la aplicación del ciclo de sinterización.
- Medir la Contracción por sinterización de cada uno de los materiales después de la aplicación de cada ciclo de sinterización.

## **7. PREGUNTAS DE INVESTIGACIÓN**

- ¿Son confiables los resultados de sinterización en los ciclos programables en el horno Nabertherm del laboratorio de rehabilitación de la ENES León?

## **8. DISEÑO DE LA INVESTIGACIÓN**

### **8.1. Tipo de Estudio.**

- Observacional: Debido a que se examinará el comportamiento de 4 materiales para la realización de restauraciones monolíticas de zirconio, donde se llevarán a cabo mediciones de 6 propiedades físico-mecánicas.
- Longitudinal: Se observará al mismo grupo de muestras de manera repetida a lo largo de un periodo de tiempo específico, durante la investigación de carácter científico. Así mismo, se estudiarán las tendencias y cambios que producen dichas muestras.
- Prospectivo: A partir de las mediciones y análisis correspondientes se observará cuál de los materiales mencionados anteriormente, tiene un óptimo comportamiento físico-mecánico en relación al ciclo de sinterización aplicado.

### **8.2. Muestreo.**

Se obtendrá un tamaño de muestra que dependerá de cada una de las pruebas a realizar:

- Ensayo de contracción por sinterización, resistencia a la flexión y módulo elástico – 120 muestras.
- Ensayo de microscopía electrónica de barrido (SEM) y espectroscopia por dispersión de energía (EDS) – 12 muestras.
- Ensayo de espectroscopia de difracción de rayos X (XRD) – 12 muestras.

VARIABLES DEPENDIENTES	VARIABLES INDEPENDIENTES
CONTRACCIÓN POR SINTERIZACION	TEMPERATURA DEL CICLO DE SINTERIZACIÓN
MOJABILIDAD	
RESISTENCIA A LA FLEXIÓN	TIEMPO DEL CICLO DE SINTERIZACIÓN
MÓDULO ELÁSTICO	
FASE CRISTALOGRÁFICA	COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL DISCO DEL MATERIAL (wt %)
COMPOSICIÓN QUÍMICA	

**Tabla 3. Variables de la Investigación** Fuente Directa

**VARIABLES DEPENDIENTES**

<b>VARIABLE</b>	<b>DEFINICIÓN CONCEPTUAL</b>	<b>DEFINICIÓN OPERACIONAL</b>	<b>TIPO DE VARIABLE</b>	<b>ESCALA DE MEDICIÓN</b>
<b>Contracción por sinterizado</b>	Encogimiento o reducción volumétrica que sufre un material después de someterse a un ciclo de sinterizado.	Medición de la muestra con un Vernier electrónico antes y después de ser sometido a un ciclo de sinterizado, obteniendo una diferencia positiva o negativa.	Numérica de razón	mm - %
<b>Mojabilidad</b>	Preferencia de un sólido de estar en contacto con un líquido u otro.	Medición del ángulo formado por la gota de líquido en contacto con la superficie de la muestra	Numérica de razón	°
<b>Resistencia a la flexión</b>	Capacidad de un material para resistir las fuerzas externas estáticas	Cálculo en MPa del esfuerzo necesario para fracturar una muestra utilizando una máquina universal utilizando la prueba monoaxial de 3 puntos.	Numérica de razón	(Pa)(MPa)(GPa)
<b>Módulo elástico</b>	Parámetro para evaluar Comportamiento de un material elástico considerando la dirección de la fuerza aplicada.	Medición de la fuerza máxima indispensable para deformar una muestra.	Numérica de razón	Newtons
<b>Fase cristalográfica</b>	Porción cristalográfica homogénea que físicamente es diferente y mecánicamente diferenciable en el retículo del material	Clasificación de la morfología de los granos contenidos en la muestra.	Numérica de razón	%

<b>VARIABLES INDEPENDIENTES</b>				
<b>VARIABLE</b>	<b>DEFINICIÓN CONCEPTUAL</b>	<b>DEFINICIÓN OPERACIONAL</b>	<b>TIPO DE VARIABLE</b>	<b>ESCALA DE MEDICIÓN Y/O UNIDADES</b>
<b>Temperatura del ciclo de sinterización</b>	Grados centígrados que alcanzará el horno de sinterización	Temperatura máxima preestablecida alcanzada durante el ciclo de sinterización.	Numérica de razón	°C
<b>Tiempo del ciclo de sinterización</b>	Cantidad de minutos durante los cuales se someterá a sinterización un material	Tiempo predeterminado que transcurre desde el inicio del ciclo de sinterización hasta su final.	Numérica de razón	minutos
<b>Composición química del disco de material</b>	Distribución porcentual de cada elemento químico que contiene en su totalidad el disco del material	Porcentaje de cada elemento químico contenido en el disco	Numérica de razón	%

**Tabla 4 Variables Dependientes e Independientes de la Investigación**

## 9. MATERIAL Y MÉTODOS

### 9.1. Contracción por Sinterización, Resistencia a la Flexión y Módulo Elástico.

#### 9.1.1. Preparación de las muestras.

Las muestras se obtuvieron cortando barras de 28 x 5.2 x 4.2 mm de dióxido de zirconio translúcido a partir de un bloque completo de cada marca de material. Fueron sometidas a un proceso de sinterización según las especificaciones del fabricante.

60 muestras fueron hechas para la prueba de contracción por sinterizado, las cuales fueron medidas con un Vernier electrónico antes de ser sinterizadas. Posterior a este proceso fueron medidas nuevamente y se obtuvo una diferencia entre ambos valores arrojados, la cual se manejó en porcentaje.

Estas mismas 60 muestras fueron utilizadas para la prueba de resistencia a la flexión y módulo elástico mediante el ensayo de flexión biaxial.

#### 9.1.2. Material e instrumental

- 1 disco de 98 x 18 con escalón de zirconio translúcido NexxZr T® (Sagemax WA USA).
- 1 disco de 98 x 18 con escalón de zirconio translúcido Incoris TZI® (Sirona Bensheim Germany).
- 1 disco de 98 x 18 con escalón de zirconio translúcido Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria).
- 1 disco de 98 x 18 con escalón de zirconio translúcido Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy).
- 2 Discos de diamante.
- 1 Horno de sinterizado Nabertherm P310.
- 1 Calibrador de Vernier electrónico.
- 1 Máquina universal de pruebas mecánicas (INSTRON® USA).



**Figura 21. Máquina universal de pruebas mecánicas (INSTRON® USA)**

### **9.1.3. Procedimientos de Laboratorio**

#### **9.1.3.1. Sinterización de las Muestras**

Después de fabricar las muestras, se midieron una a una con un calibrador electrónico y se registraron los datos iniciales.

Las muestras se sinterizaron en el horno Nabertherm P310 bajo el siguiente procedimiento:

**9.1.3.1.1. NexxZr T® (Sagemax WA USA).**

1. De temperatura ambiente a 250°C en un periodo de 115 minutos.
2. De 250°C a 1520°C en un periodo de 212 minutos.
3. Se mantuvo a 1520°C durante 120 minutos.
4. De 1520°C a temperatura ambiente.

Duración de 7 horas y 27 minutos (447 minutos).

Wait	00:00	h:min	07:27 H:min	NexxZr T (Sagemax)
time 1	01:55	h:min		
T1	250° C			
time 2	00:00	h:min		
time 3	03:32	h:min		
T2	1520° C			
time 4	02:00	h:min		

**Tabla 5 Ciclo de Sinterización Sugerido para NexxZrT (Sagemax WA USA).**

**9.1.3.1.2. Incoris TZI® (Sirona Bensheim Germany)**

1. De temperatura ambiente a 800°C en un periodo de 32 minutos.
2. De 800°C a 1510°C en un periodo de 48 minutos.
3. Se mantuvo a 1510°C durante 523 minutos.
4. De 1510°C a temperatura ambiente.

Duración de 9 horas y 43 minutos (583 minutos).

Wait	00:00	h:min	09:43 H:min	inCoris (Sirona)
time 1	00:32	h:min		
T1	800° C			
time 2	00:00	h:min		
time 3	00:48	h:min		
T2	1510° C			
time 4	08:43	h:min		

**Tabla 6 Ciclo de Sinterización Sugerido para Incoris TZI (Sirona Bensheim Germany).**

### 9.1.3.1.3. Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria)

1. De temperatura ambiente a 1450°C en un periodo de 182 minutos.
2. Se mantuvo a 1450°C durante 120 horas.
3. De 1450°C a 200°C en un periodo de 600 minutos.
4. De 200°C a temperatura ambiente.

Duración de 15 horas y 02 minutos (902 minutos).

Wait	00:00	h:min	15:02 H:min	Ceramill (Amann Girrbach)
time 1	03:02	h:min		
T1	1450° C			
time 2	02:00	h:min		
time 3	10:00	h:min		
T2	200° C			

**Tabla 7 Ciclo de Sinterización Sugerido para Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria).**

### 9.1.3.1.4. Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy)

1. De temperatura ambiente a 1500°C en un periodo de 300 minutos.
2. Se mantuvo a 1500°C durante 120 horas.
3. De 1500°C a temperatura ambiente.

Duración de 7 horas (420 minutos).

Wait	00:00	h:min	11:28 H:min	Zirkon Ice (Zirkonzahn)
time 1	05:00	h:min		
T1	1500° C			
time 2	00:00	h:min		
time 3	02:00	h:min		
T2	1520° C			

**Tabla 8. Ciclo de Sinterización Sugerido para Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy)**

### 9.1.3.2. Procedimiento de Prueba de Resistencia a la Flexión en Máquina Universal (INSTRON® USA)

- I. Se colocaron las muestras en una cámara térmica a 37°C en un recipiente con agua bidestilada durante 48 horas antes de realizar la prueba en la máquina universal, esto con la finalidad de simular las condiciones de la cavidad oral
- II. Posterior a las 48 horas, se retiraron del agua las muestras y se dividieron en los 4 grupos de las marcas comerciales.
- III. Se capturó en la computadora las dimensiones de cada muestra y la velocidad del eje.
- IV. Se colocaron una por una las muestras en la base con dos soportes de 3 mm y se posicionan debajo del eje de la máquina universal de Pruebas de Resistencia a la Flexión.
- V. El eje descendió a una velocidad de 6 mm/seg; ejerciendo presión sobre la superficie de la muestra hasta que la fracturó.

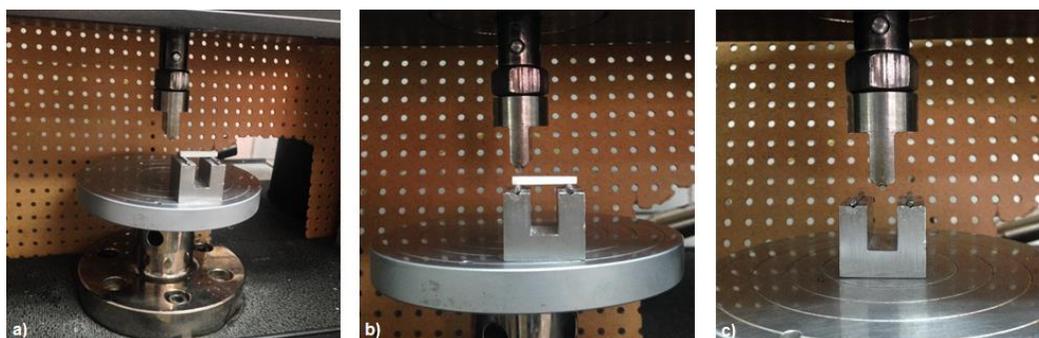


Figura 22. Prueba de resistencia a la Flexión. a) Colocación de la muestra en soporte; b) Descenso del eje axial; c) Fractura de la muestra



Figura 23. Control de comando de la máquina Instron USA.

## **9.2. Medición del Ángulo de Contacto (Mojabilidad superficial)**

### **9.2.1. Preparación de las muestras**

Ocho muestras de dióxido de zirconio de las marcas: NexxZr T® (Sagemax WA USA), Incoris TZI® (Sirona Bensheim Germany), Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) y Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy); fueron hechas para la prueba de mojabilidad, y también fueron obtenidas de un bloque completo de material.

Cuatro de ellas fueron examinadas antes del proceso de sinterización y las otras 4 fueron examinadas después del sinterizado (5 de NexxZr T (Sagemax), 5 de Incoris (Sirona) y 5 de Zirkonzahn).

### **9.2.2. Material e instrumental**

- 1 disco de 98 x 18 con escalón de zirconio translúcido NexxZr T® (Sagemax WA USA).
- 1 disco de 98 x 18 con escalón de zirconio translúcido Incoris TZI® (Sirona Bensheim Germany).
- 1 disco de 98 x 18 con escalón de zirconio translúcido Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria).
- 1 disco de 98 x 18 con escalón de zirconio translúcido Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy).
- 2 Discos de diamante.
- 1 Horno de sinterizado Nabertherm P310.
- 1 Calibrador de Vernier electrónico.
- 1 Programa de edición de video Pinacple Studio.

### 9.2.3. Procedimiento

Para la determinación de Ángulo de Contacto, se utilizó un Goniómetro con software de control de video Pinnacle Study HD v15.0 y dispensador de goteo controlado Ramé-Hart Instrument Co., con software de análisis de imagen y procesamiento de muestras Image J. La medición se realizó a temperatura ambiente y con gota de agua tri-destilada.

El procedimiento siguiente fue convencional y se basó en la medida del ángulo  $\theta$  (grados), formado entre una gota de líquido adyacente a una superficie plana y lisa, de acuerdo al procedimiento descrito en las normas ASTM.<sup>21, 22, 23, 24</sup>

Se cortaron las muestras de 4 cerámicas comerciales (Sagemax, Ceramill, Zirkonzahn e InCoris) con área promedio de 1.0 cm<sup>2</sup>. Se procedió con la medición de ángulo de contacto, colocando en la superficie del espécimen una gota de agua tri-destilada de 2  $\mu$ l, se tomó video durante 1 minuto aproximadamente, para cada muestra comercial.

La cámara en la cual fue colocado el sustrato y la gota, fue saturada en atmosfera de agua para un mayor y mejor equilibrio entre fases. Se extrajeron los fotogramas de cada video y para cada una de las muestras comerciales, sinterizadas y sin sinterizar. Debido a la rapidez con la que absorbió agua las muestras sin sinterizar, se decidió extraer un fotograma cada 0.250 segundos, para cada uno de los videos y así obtener el ángulo de contacto y la rapidez con la cual absorbe agua el espécimen. Se consideró que, para dichas mediciones el mejor método de obtención de ángulo de contacto es DropSnake\*, puesto que, el software puede obtener 3 diferentes medidas de caracterización.

\*DropSnake es un método para medir ángulos de contacto que consiste en hacer un ajuste polinomial a trozos sin hacer suposiciones del dónde está el borde de la gota. La reflexión de la gota se utiliza para detectar la interface adecuadamente o si la gota tiene alguna inclinación. DropSnake es un plugin contenido en el software de medición Image J.



**Figura 24. A) y B) Goniómetro con control de video y dispensador de goteo controlado Ramé-Hart Instrument Co., con software de análisis de imagen y procesamiento de muestras ImageJ**

### **9.3. Espectroscopia RAMAN.**

#### **9.3.1. Preparación de las muestras**

Ocho muestras de dióxido de zirconio de las marcas: NexxZr T® (Sagemax WA USA), Incoris TZI® (Sirona Bensheim Germany), Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) y Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy); fueron hechas para la prueba de Espectroscopia RAMAN, y fueron obtenidas de un bloque completo de material.

Cuatro de ellas fueron examinadas antes del proceso de sinterización y las otras 4 fueron examinadas después del sinterizado (5 de NexxZr T (Sagemax), 5 de Incoris (Sirona) y 5 de Zirkonzahn).

### 9.3.2. Material e Instrumental

- 1 disco de 98 x 18 con escalón de zirconio translúcido NexxZr T® (Sagemax WA USA).
- 1 disco de 98 x 18 con escalón de zirconio translúcido Incoris TZI® (Sirona Bensheim Germany).
- 1 disco de 98 x 18 con escalón de zirconio translúcido Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria).
- 1 disco de 98 x 18 con escalón de zirconio translúcido Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy).
- 2 Discos de diamante.
- 1 Horno de sinterizado Nabertherm P310.
- 1 Calibrador de Vernier electrónico.
- 1 Microscopio vertical de laboratorio
- 1 kit de Video – espectroscopio RAMAN MSK

### 9.3.3. Procedimiento

Para encontrar el valor Volumétrico de fase Tetragonal de cada uno de los materiales evaluados fue necesario utilizar las siguientes fórmulas:

$$X_m = \frac{I_m^{181} + I_m^{190}}{I_t^{147} + I_m^{181} + I_m^{190}}$$

En donde:

- $X_m$  = Fracción molar de fase monoclinica
- $I_m^{181}$  = Intensidad del pico de fase monoclinica aproximadamente
- $I_m^{190}$  = Intensidad del pico de fase monoclinica aproximadamente
- $I_t^{147}$  = Intensidad del pico de fase tetragonal aproximadamente

$$V_m = \sqrt{0.19 - \frac{0.13}{X_m^{-1.01}}} - 0.56$$

En donde:

- $V_m$  = Volumen Monoclinico

$$V_t = 1 - V_m$$

En el programa Origin se graficaron los espectros obtenidos para encontrar los valores de la Intensidad del pico de fase monoclinica a aproximadamente  $I_m^{181}$ , la Intensidad del pico de fase monoclinica a aproximadamente  $I_m^{190}$  y la Intensidad del pico de fase tetragonal a aproximadamente  $I_t^{147}$  para despejar la fórmula de raman-Nicholson y encontrar el valor de la Fracción molar de la fase monoclinica.

Posterior a esto, se sustituyó dicho valor de la fase monoclinica en la fórmula de Torayan para encontrar el valor Volumétrico Monoclinica. Y por último paso, se reemplazó el valor Volumétrico Monoclinica en la fórmula de Torayan para conocer el valor Volumétrico Tetragonal de la muestra.

#### **9.4. Espectroscopia de Difracción de Rayos X (Fases Cristalográficas).**

##### **9.4.1. Preparación de las muestras**

Ocho muestras de dióxido de zirconio de las marcas: NexxZr T® (Sagemax WA USA), Incoris TZI® (Sirona Bensheim Germany), Ceramill Zolid FX® (Amann Gurrbach Kobach Austria) y Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy); fueron hechas para la prueba de Espectroscopia de Fotoelectrones Emitidos por Rayos X, y fueron obtenidas de un bloque completo de material.

Cuatro de ellas fueron examinadas antes del proceso de sinterización y las otras 4 fueron examinadas después del sinterizado (5 de NexxZr T (Sagemax), 5 de Incoris (Sirona) y 5 de Zirkonzahn).

##### **9.4.2. Material e instrumental**

- 1 disco de 98 x 18 con escalón de zirconio translúcido NexxZr T® (Sagemax WA USA).
- 1 disco de 98 x 18 con escalón de zirconio translúcido Incoris TZI® (Sirona Bensheim Germany).
- 1 disco de 98 x 18 con escalón de zirconio translúcido Ceramill Zolid FX® (Amann Gurrbach Kobach Austria).

- 1 disco de 98 x 18 con escalón de zirconio translúcido Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy).
- 2 Discos de diamante.
- 1 Horno de sinterizado Nabertherm P310.
- 1 Calibrador de Vernier electrónico.
- 1 Microanalizador por dispersión de energía (XRD)

### 9.4.3. Procedimiento

Para encontrar el valor Volumétrico de fase Tetragonal de cada uno de los materiales evaluados fue necesario utilizar las siguientes fórmulas:

- Fórmula de Garvie-Nicholson<sup>26, 27</sup>:

$$X_m = \frac{I_{m(-1\ 1\ 1)} + I_{m(1\ 1\ 1)}}{I_{m(1\ 1\ 1)} + I_{m(-1\ 1\ 1)} + I_{t(1\ 0\ 1)}}$$

En dónde:

$X_m$ = Fracción molar de fase monoclinica

$I_{m(-1\ 1\ 1)}$ = Intensidad del pico de fase monoclinica a aproximadamente 31.2°  $\theta$

$I_{m(1\ 1\ 1)}$ = Intensidad del pico de fase monoclinica a aproximadamente 30°  $\theta$

$I_{t(1\ 0\ 1)}$ = Intensidad del pico de fase tetragonal a aproximadamente 28°  $\theta$

- Fórmula de Torayan para encontrar  $V_m$ <sup>26, 27</sup>:

$$V_m = \frac{1.311x}{1+0.311x}$$

- Fórmula de Torayan para encontrar  $V_t$ <sup>26, 27</sup>:

$$V_t = 1 - V_m$$

En el programa Origin se graficaron los espectros obtenidos para encontrar los valores de la Intensidad del pico de fase monoclinica a aproximadamente  $31.2^\circ \theta$ , la Intensidad del pico de fase monoclinica a aproximadamente  $30^\circ \theta$  y la Intensidad del pico de fase tetragonal a aproximadamente  $28^\circ \theta$  para despejar la fórmula de raman-Nicholson y encontrar el valor de la Fracción molar de la fase monoclinica.

Posterior a esto, se sustituyó dicho valor de la fase monoclinica en la fórmula de Torayan para encontrar el valor Volumétrico Monoclinica.

Y por último paso, se reemplazó el valor Volumétrico Monoclinica en la fórmula de Torayan para conocer el valor Volumétrico Tetragonal de la muestra.

Para encontrar el valor Volumétrico de fase Tetragonal de cada uno de los materiales evaluados fue necesario utilizar las siguientes fórmulas:

- Fórmula de Garvie-Nicholson<sup>26, 27</sup>:

$$X_m = \frac{I_{m(-1\ 1\ 1)} + I_{m(1\ 1\ 1)}}{I_{m(1\ 1\ 1)} + I_{m(-1\ 1\ 1)} + I_{t(1\ 0\ 1)}}$$

En dónde:

$X_m$ = Fracción molar de fase monoclinica

$I_{m(-1\ 1\ 1)}$ = Intensidad del pico de fase monoclinica a aproximadamente  $31.2^\circ \theta$

$I_{m(1\ 1\ 1)}$ = Intensidad del pico de fase monoclinica a aproximadamente  $30^\circ \theta$

$I_{t(1\ 0\ 1)}$ = Intensidad del pico de fase tetragonal a aproximadamente  $28^\circ \theta$

- Fórmula de Torayan para encontrar  $V_m$ <sup>26, 27</sup>:

$$V_m = \frac{1.311_x}{1 + 0.311_x}$$

- Fórmula de Torayan para encontrar  $V_t$ <sup>26, 27</sup>:

$$V_t = 1 - V_m$$

En el programa Origin se graficaron los espectros obtenidos para encontrar los valores de la Intensidad del pico de fase monoclinica a aproximadamente  $31.2^\circ \theta$ , la Intensidad del pico de fase monoclinica a aproximadamente  $30^\circ \theta$  y la Intensidad del pico de fase tetragonal a aproximadamente  $28^\circ \theta$  para despejar la fórmula de Garvie-Nicholson y encontrar el valor de la Fracción molar de la fase monoclinica.

Posterior a esto, se sustituyó dicho valor de la fase monoclinica en la fórmula de Torayan para encontrar el valor Volumétrico Monoclinica. Y por último paso, se reemplazó el valor Volumétrico Monoclinica en la fórmula de Torayan para conocer el valor Volumétrico Tetragonal de la muestra.

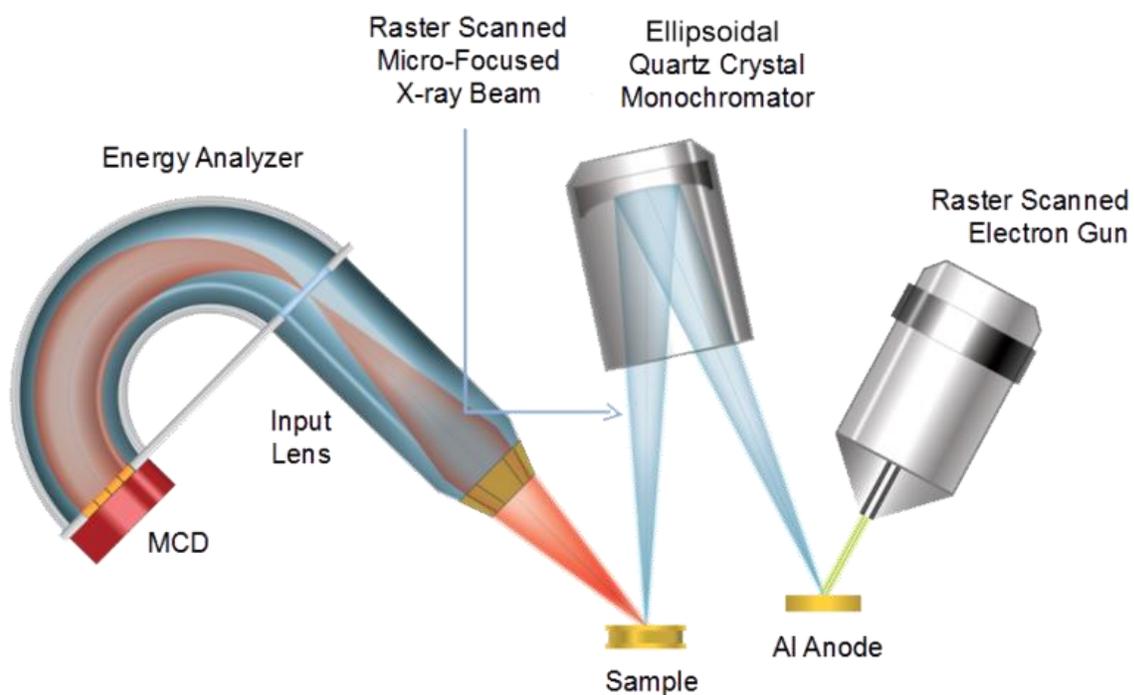


Figura 25. Detector analizador, Fuente de rayos X monocromático y sistema de ultra vacío (UHV).<sup>25</sup>

## **9.5. Espectroscopia de Fotoelectrones Emitidos por Rayos X (XPS y Análisis Composicional)**

### **9.5.1. Preparación de las muestras**

Ocho muestras de dióxido de zirconio de las marcas: NexxZr T® (Sagemax WA USA), Incoris TZI® (Sirona Bensheim Germany), Ceramill Zolid FX® (Amann Gurrbach Kobach Austria) y Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy); fueron hechas para la prueba de Espectroscopia de Fotoelectrones Emitidos por Rayos X, y fueron obtenidas de un bloque completo de material.

Cuatro de ellas fueron examinadas antes del proceso de sinterización y las otras 4 fueron examinadas después del sinterizado (5 de NexxZr T (Sagemax), 5 de Incoris (Sirona) y 5 de Zirkonzahn).

### **9.5.2. Material y Métodos**

- 1 disco de 98 x 18 con escalón de zirconio translúcido NexxZr T® (Sagemax WA USA).
- 1 disco de 98 x 18 con escalón de zirconio translúcido Incoris TZI® (Sirona Bensheim Germany).
- 1 disco de 98 x 18 con escalón de zirconio translúcido Ceramill Zolid FX® (Amann Gurrbach Kobach Austria).
- 1 disco de 98 x 18 con escalón de zirconio translúcido Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy).
- 2 Discos de diamante.
- 1 Horno de sinterizado Nabertherm P310.
- 1 Calibrador de Vernier electrónico.
- 1 Sistema de vacío
- 1 Fuente de rayos X
- 1 Analizador de energía de electrones
- 1 Sistema de datos

### 9.5.3. Procedimiento

Las muestras son analizadas en la cámara principal de vacío, esto con el fin de que los fotoelectrones no colisionen con ninguna partícula gaseosa, además de que la fuente de rayos X necesita del vacío para mantener su operatividad.

Las muestras se colocarán en una primera cámara de vacío hasta acercarse a  $10^{-6}$  torr, procedimiento que dura minutos o incluso horas. La colocación de la muestra en el interior de la cámara se realiza mediante una barra unida a un portamuestras. Dentro de la cámara principal, la muestra puede ser orientada en distintas posiciones y se puede elegir la zona de la superficie a trabajar, todo ello es controlado mediante una cámara de vídeo.

La radiación X es monocromatizada antes de llegar a la muestra mediante el uso de un cristal de cuarzo. Esto permite aprovechar el rango de energía en que la intensidad de la radiación X es máxima (normalmente un ancho de 1 – 2 eV), evitar los picos satélites de fluorescencia de rayos X, e impedir que electrones de alta energía provoquen golpes de calor a la muestra y la degraden.

El área de muestra que puede ser irradiada por los rayos X puede ser de unos pocos centímetros hasta 50 micras.

La utilización de un monocromador disminuye la intensidad de rayos X que alcanzan a la muestra. Esta disminución en el flujo energético es compensada en el sistema analizador, constituido por lentes eficaces de captación de radiación, un analizador de energía y un sistema detector multicanal.

## **10. Resultados**

### **10.1. Contracción por Sinterización**

Después de medir las muestras ya sinterizadas se obtuvieron los siguientes resultados:

#### **10.1.1. Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria)**

El valor promedio de contracción lineal después de medir las muestras del material Ceramill Zolid FX fue  $18.6256 \% \pm 1.5032$ . Hablando de contracción volumétrica, el valor promedio después de medir las muestras del material Ceramill Zolid FX fue  $46.0388 \pm 3.0229$ .

#### **10.1.2. NexxZr T® (Sagemax WA USA)**

El valor promedio de contracción lineal después de medir las muestras del material NexxZr T fue  $19.5836 \% \pm 1.0819$ . Hablando de contracción volumétrica, el valor promedio después de medir las muestras del material NexxZr T fue  $47.9572 \pm 2.12309$ .

#### **10.1.3. Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy)**

El valor promedio de contracción lineal después de medir las muestras del material Zirkon Transluzent fue  $18.3411\% \pm 1.3529$ . Hablando de contracción volumétrica, el valor promedio después de medir las muestras del material Zirkon Transluzent fue  $45.4484 \pm 2.817920846$ .

#### 10.1.4. inCoris TZI® (Sirona Bensheim Germany)

El valor promedio de contracción lineal después de medir las muestras del material inCoris TZI fue 20.2920 %  $\pm$  1.6703. Hablando de contracción volumétrica, el valor promedio después de medir las muestras del material inCoris TZI fue 49.2673  $\pm$  3.2892.

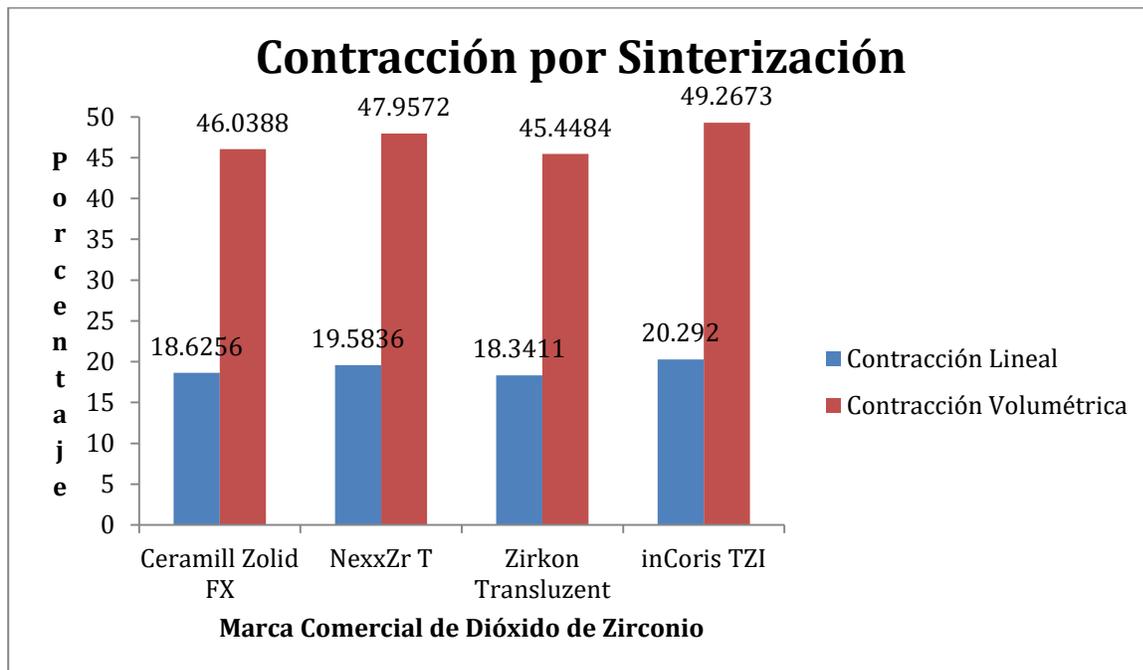


Figura 26. Gráfica Comparativa de Contracción por Sinterización. Fuente Directa

## 10.2. Resistencia a la Flexión y Módulo Elástico

Después de realizar las Pruebas de Resistencia a la Flexión por el método de 3 puntos, se obtuvieron los siguientes resultados:

### 10.2.1. Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria)

El valor promedio de resistencia a la flexión frente a la prueba biaxial de 3 puntos del material Ceramill Zolid FX fue  $846.69 \pm 179.1$  MPa, con un módulo elástico promedio de  $467740.15 \pm 215357.65$  MPa. Para obtener estos promedios se descartó tanto al valor máximo como el valor mínimo (Tabla 9).

MÓDULO ELÁSTICO (MPa)	RESISTENCIA A LA FLEXIÓN (MPa)
$467740.15 \pm 215357.65$	$846.69 \pm 179.12$

Tabla 9. Valores de Módulo Elástico y Resistencia a la Flexión. Fuente Directa

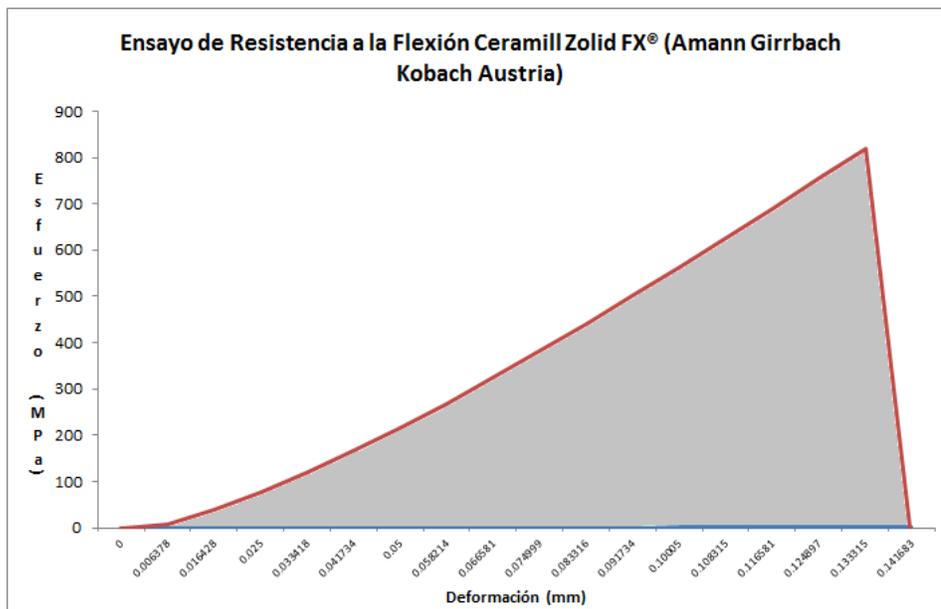


Figura 27. Diagrama de esfuerzo-deformación de las muestras de Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) sometidas a un ensayo de Resistencia a la flexión de 3 puntos.

Fuente Directa

### 10.2.2. NexxZr T® (Sagemax WA USA)

El valor promedio de resistencia a la flexión frente a la prueba biaxial de 3 puntos del NexxZr T fue  $1190.49 \pm 300.94$  MPa, con un módulo elástico promedio de  $670593.32 \pm 215357.65$  MPa. Para obtener estos promedios se descartó tanto al valor máximo como el valor mínimo (Tabla 10).

MÓDULO ELÁSTICO (MPa)	RESISTENCIA A LA FLEXIÓN (MPa)
$670593.32 \pm 215357.65$	$1190.49 \pm 300.93$

Tabla 10. Valores de Deformación Máxima y Resistencia a la Flexión (\*Valores mínimos, \*\*Valores máximos) Fuente Directa

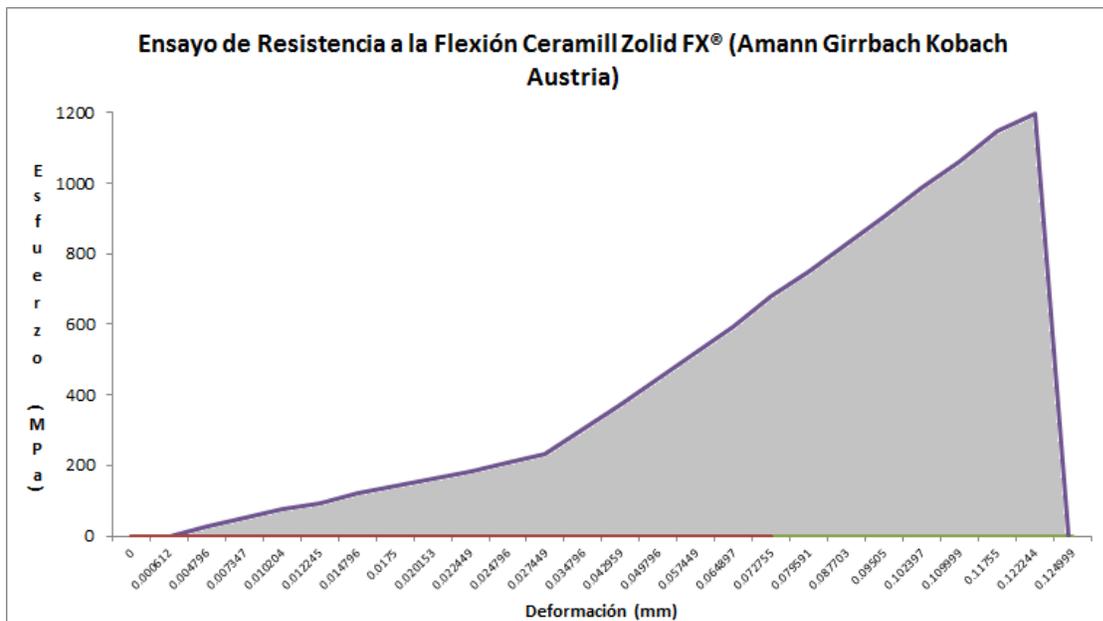


Figura 28. Diagrama de esfuerzo de formación de las muestras de NexxZr T® (Sagemax WA USA) sometidas a un ensayo de Resistencia a la flexión de 3 puntos. Fuente Directa

### 10.2.3. Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy)

El valor promedio de resistencia a la flexión frente a la prueba biaxial de 3 puntos del Zirkon Transluzent fue  $1136.10 \pm 247.67$  MPa, con un módulo elástico promedio de  $865931.40 \pm 113422.06$  MPa. Para obtener estos promedios se descartó tanto al valor máximo como el valor mínimo (Tabla 11).

MÓDULO ELÁSTICO (MPa)	RESISTENCIA A LA FLEXIÓN (MPa)
$865931.40 \pm 113422.06$	$1136.10 \pm 247.67$

Tabla 11. Valores de Deformación Máxima y Resistencia a la Flexión (\*Valores mínimos, \*\*Valores máximos) Fuente Directa

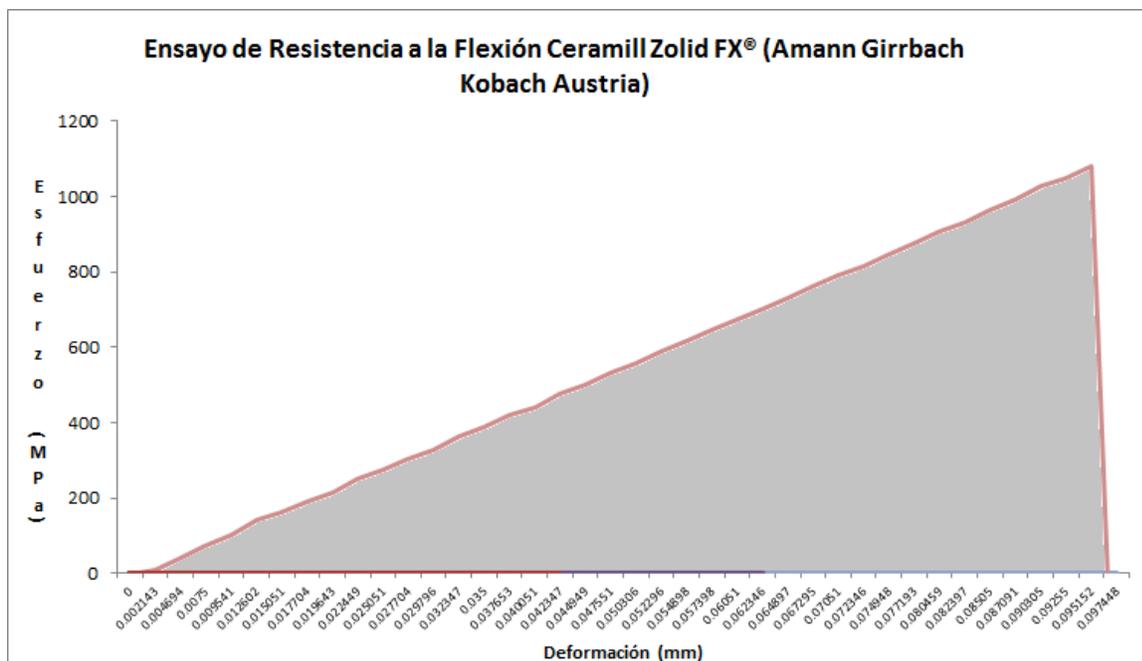


Figura 29. Diagrama de esfuerzo de formación de las muestras de Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) sometidas a un ensayo de Resistencia a la flexión de 3 puntos. Fuente Directa

Directa

### 10.2.4. inCoris TZI® (Sirona Bensheim Germany)

El valor promedio de resistencia a la flexión frente a la prueba biaxial de 3 puntos del inCoris TZI fue  $726.92 \pm 346.53$  MPa, con un módulo elástico promedio de  $354659.92 \pm 122039.63$  MPa. Para obtener estos promedios se descartó tanto al valor máximo como el valor mínimo en la tabla de resultados. (Tabla 12).

MÓDULO ELÁSTICO (MPa)	RESISTENCIA A LA FLEXIÓN (MPa)
$354659.92 \pm 122039.63$	$726.92 \pm 346.92$

Tabla 12. Valores de Deformación Máxima y Resistencia a la Flexión (\*Valores mínimos, \*\*Valores máximos) Fuente Directa

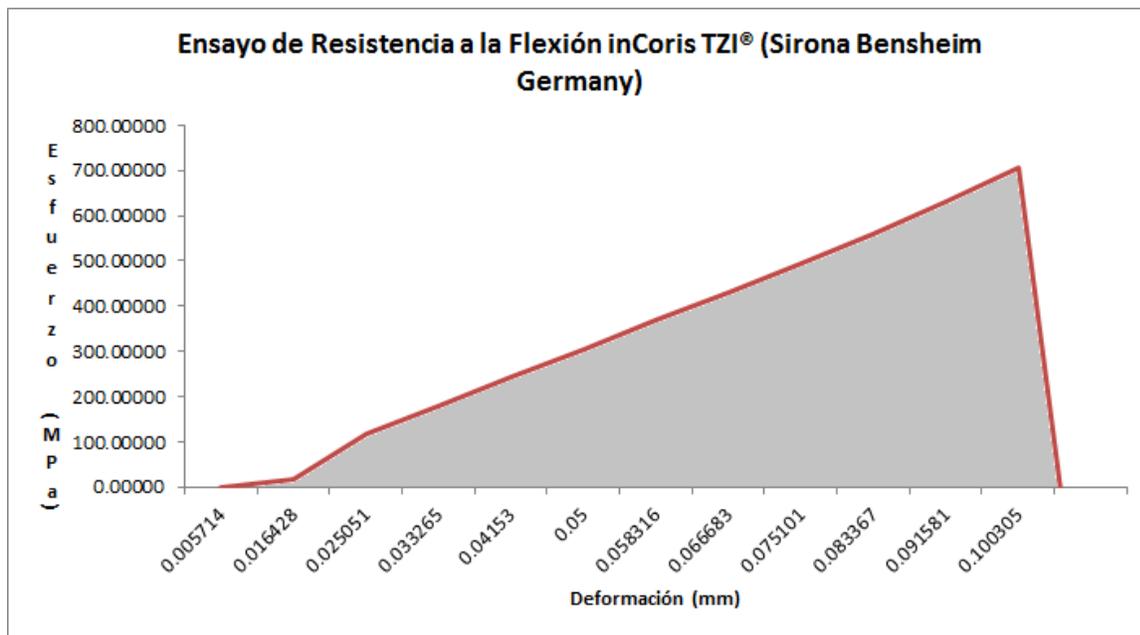


Figura 30. Diagrama de esfuerzo de formación de las muestras de inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany) sometidas a un ensayo de Resistencia a la flexión de 3 puntos. Fuente Directa

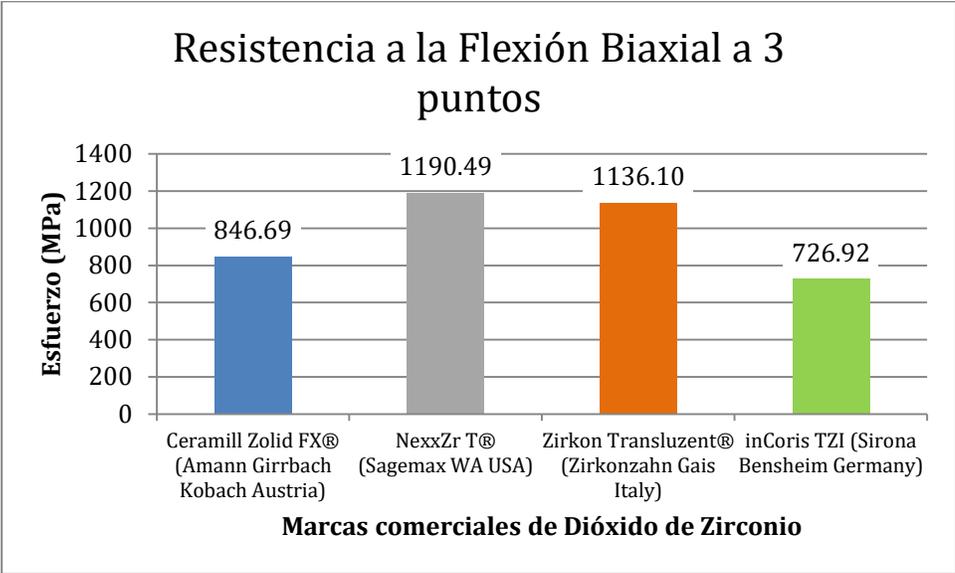


Figura 31. Gráfica comparativa de resistencia a la flexión. Fuente Directa

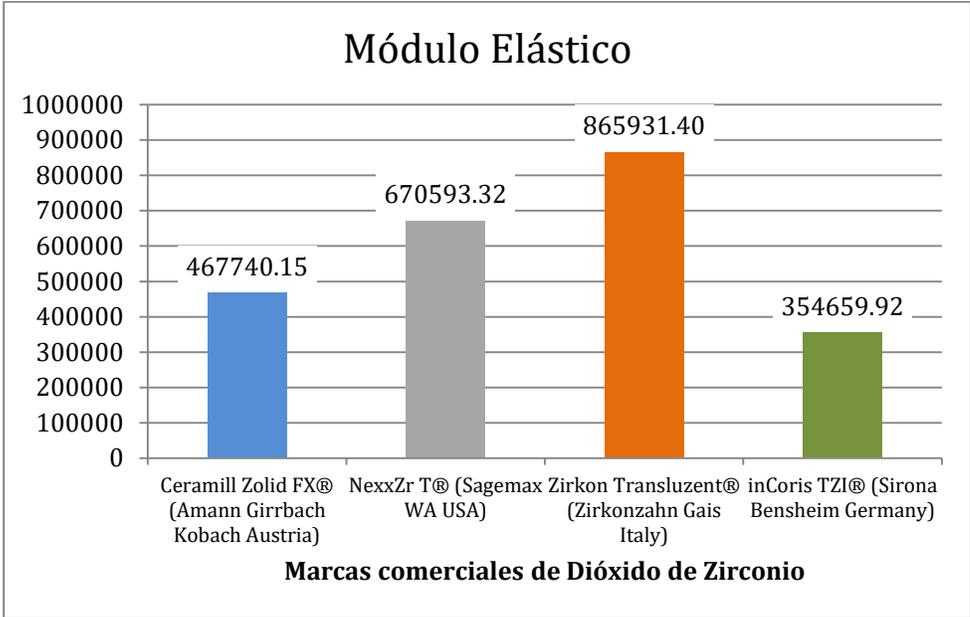


Figura 32. Gráfica comparativa de módulo elástico. Fuente Directa

### 10.3. Espectroscopia de Difracción de Rayos X - XRD (Fases cristalográficas).

Después de tener los resultados de los espectros de las muestras de Óxido de Zirconio procedimos a obtener la cuantificación de fase tetragonal y Monoclinal con el material No Sinterizado y Sinterizado, utilizando las fórmulas de Garvie-Nicholson y Toraya.

#### 10.3.1. Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria)

El porcentaje de volumen tetragonal del material Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) en su estado No Sinterizado fue del 2.15%, mientras que en su estado sinterizado fue de 2.62%.

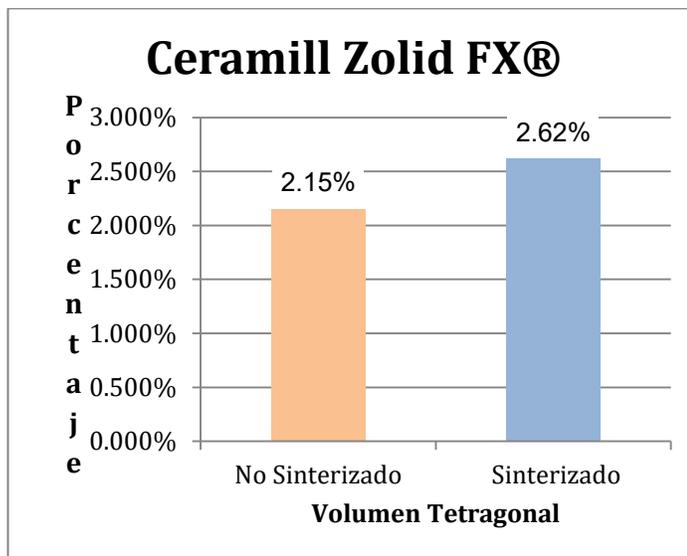


Figura 33. Porcentaje de Volumen Tetragonal obtenido por la prueba XRD del material Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria). Fuente Directa

### 10.3.2. NexxZr T® (Sagemax WA USA).

El porcentaje de volumen tetragonal del material NexxZr T® (Sagemax WA USA) en su estado No Sinterizado fue del 6.33%, mientras que en su estado sinterizado fue de 10.29%.

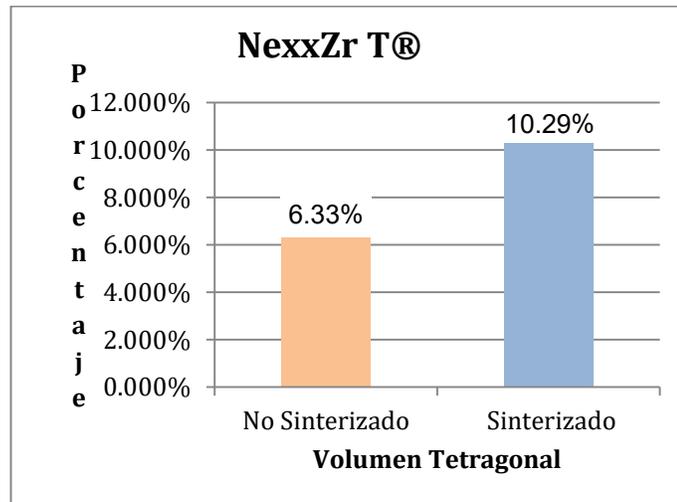


Figura 34. Porcentaje de Volumen Tetragonal obtenido por la prueba XRD del material NexxZr T® (Sagemax WA USA). Fuente Directa

### 10.3.3. Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy).

El porcentaje de volumen tetragonal del material Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) en su estado No Sinterizado fue del 6.31%, mientras que en su estado sinterizado fue de 6.52%.

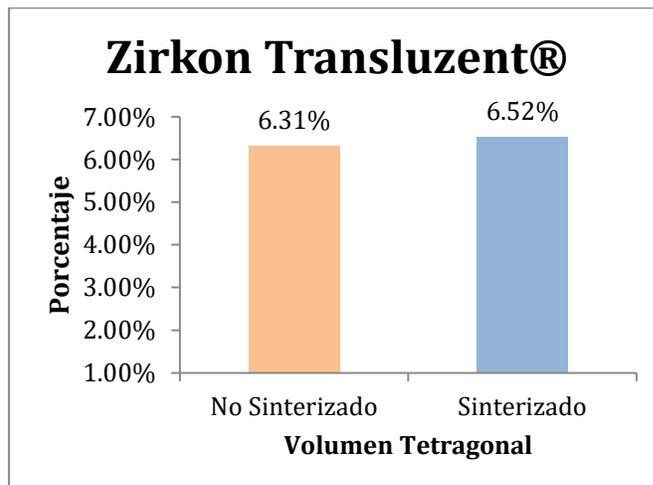


Figura 35. Porcentaje de Volumen Tetragonal obtenido por la prueba XRD del material Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy). Fuente Directa

#### 10.3.4. inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany).

El porcentaje de volumen tetragonal del material inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany) en su estado no sinterizado fue del 4.67%, mientras que en su estado sinterizado fue de 6.97 %.

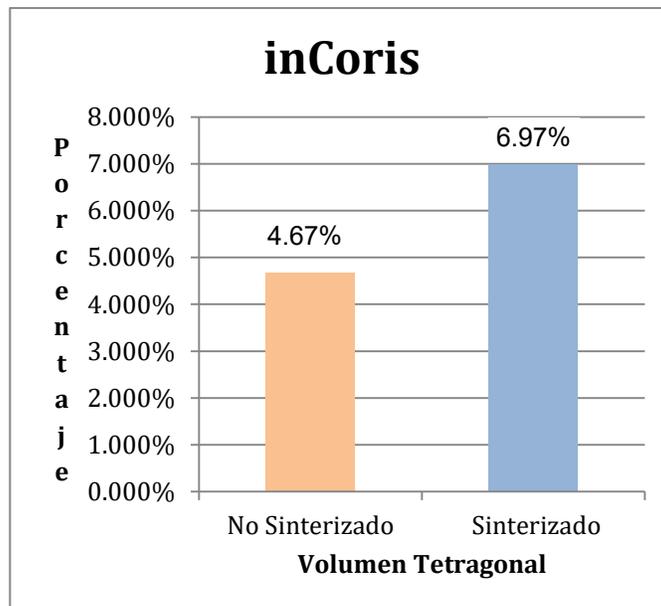


Figura 36. Porcentaje de Volumen Tetragonal obtenido por la prueba XRD del material inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany). Fuente Directa

## 10.4. Espectroscopia RAMAN.

### 10.4.1. Identificación de Bandas de Fases Cristalográficas

Siguiendo el método de Power Law<sup>31</sup> se realizó la identificación de bandas de la fase tetragonal y monoclinica de cada una de las marcas de dióxido de zirconio; considerando que las bandas características de la fase tetragonal se encuentran a los 147 y 265  $\text{cm}^{-1}$  respectivamente (Figura 36 B) y la doble banda característica de la fase monoclinica a los 181-190  $\text{cm}^{-1}$  (Figura 36 A); para posteriormente llevar a cabo la identificación de porcentajes de cada una de las fases.

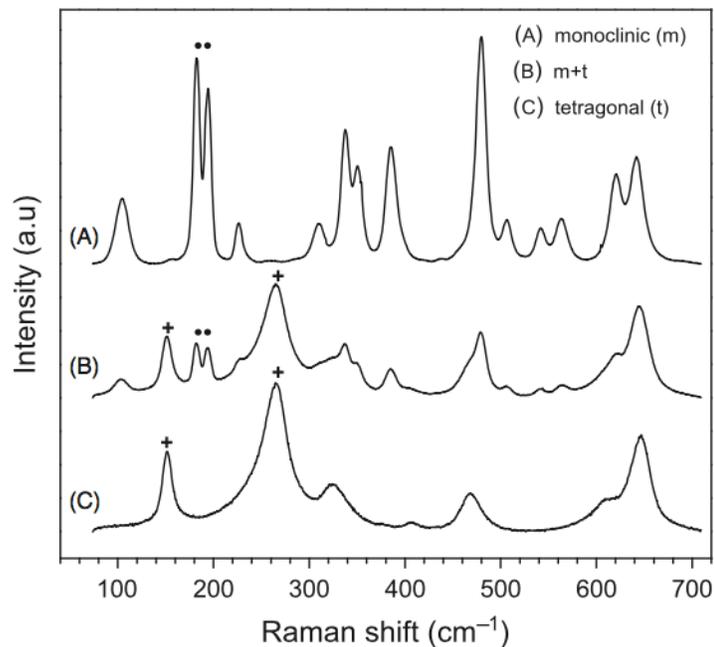


Figura 37. Espectro RAMAN que demuestra las bandas características de la fase tetragonal y monoclinica del dióxido de zirconio estabilizado con itrio.<sup>31</sup>

## 10.4.2. Obtención de Porcentajes de Fases Cristalográficas por RAMAN

### 10.4.2.1. Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria)

El porcentaje de volumen tetragonal del material Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) en su estado No Sinterizado fue de 80.34%, mientras que en su estado Sinterizado fue de 122.67%.

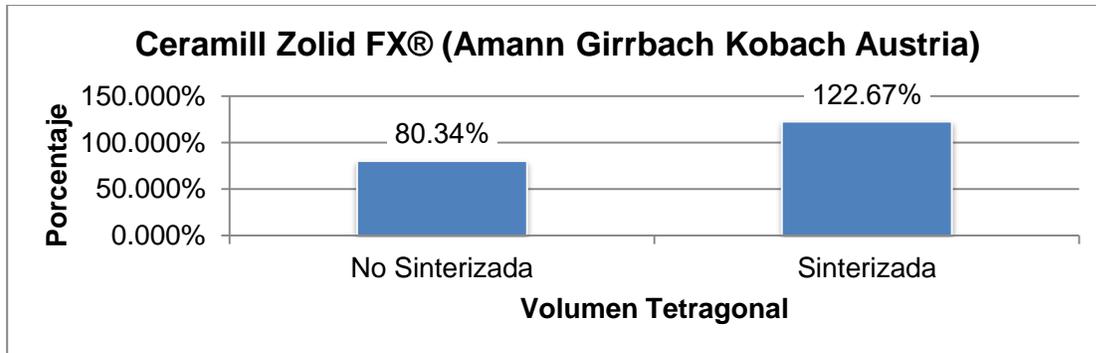


Figura 38. Porcentaje de Volumen Tetragonal obtenido por la prueba RAMAN del material Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria). Fuente Directa

### 10.4.2.2. NexxZr T® (Sagemax WA USA)

El porcentaje de volumen tetragonal del material NexxZr T® (Sagemax WA USA) en su estado No Sinterizado fue de 80.46%, mientras que en su estado Sinterizado fue de 81.50%.

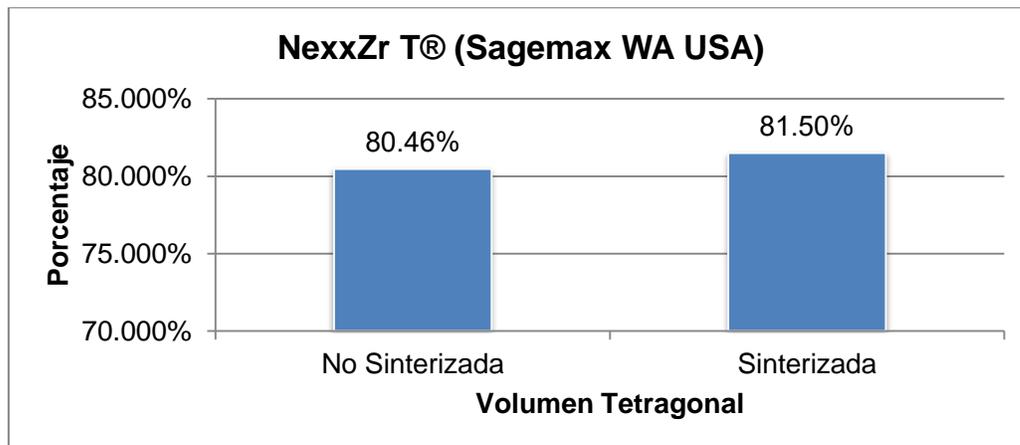


Figura 39. Porcentaje de Volumen Tetragonal obtenido por la prueba RAMAN del material NexxZr T® (Sagemax WA USA). Fuente Directa

### 10.4.2.3. Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy)

El porcentaje de volumen tetragonal del material Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) en su estado No Sinterizado fue de 83.77%, mientras que en su estado Sinterizado fue de 123.89%.

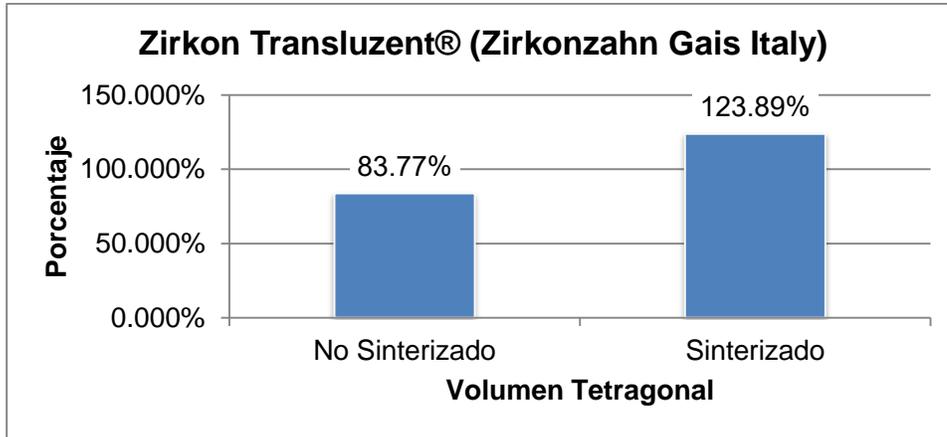


Figura 40. Porcentaje de Volumen Tetragonal obtenido por la prueba RAMAN del material Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy). Fuente Directa

### 10.4.2.4. inCoris TZI® (Sirona Bensheim Germany)

El porcentaje de volumen tetragonal del material inCoris TZI® (Sirona Bensheim Germany) en su estado No Sinterizado fue de 80.96%, mientras que en su estado Sinterizado fue de 85.67%.

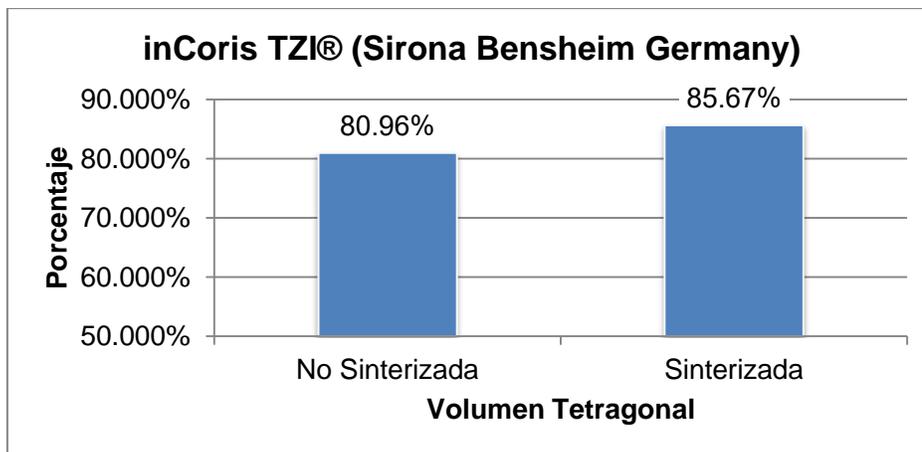


Figura 41. Porcentaje de Volumen Tetragonal obtenido por la prueba RAMAN del inCoris TZI® (Sirona Bensheim Germany). Fuente Directa

## 10.5. Espectroscopia de Fotoelectrones Emitidos por Rayos X-XPS (Análisis Composicional).

### 10.5.1. Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria)

#### 10.5.1.1. Muestra No Sinterizada

El resultado que se obtuvo al realizar la prueba de espectroscopía de fotoelectrones emitidos por rayos X arrojó 3 componentes encontrados (O, Zr e Y) en la muestra de Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) no sinterizada.

El O representó un porcentaje del 66%, mientras que el Zr estuvo presente en un 30.9% y por último el Y, con tan solo el 3.1% del total de la muestra.

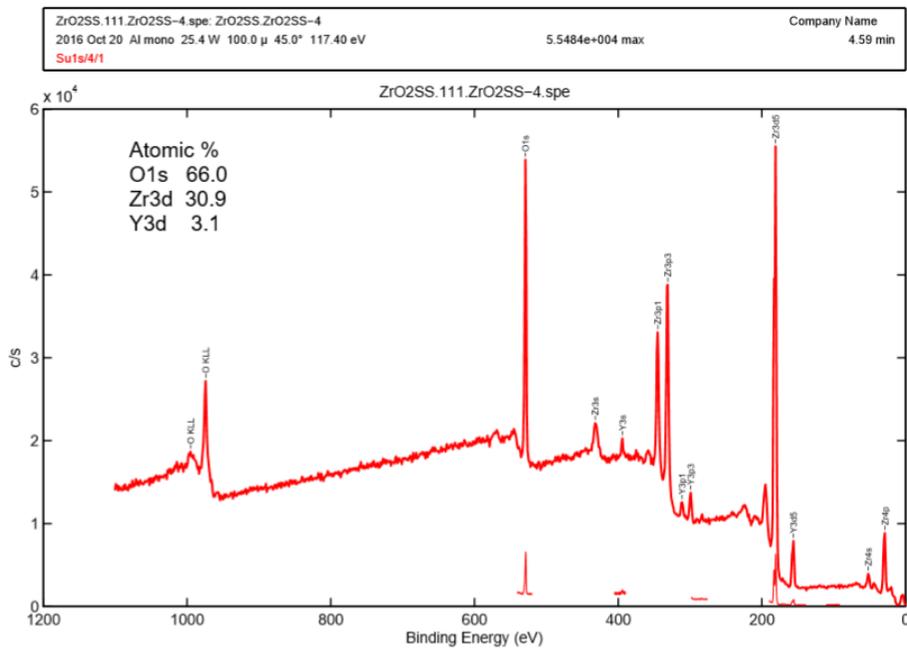
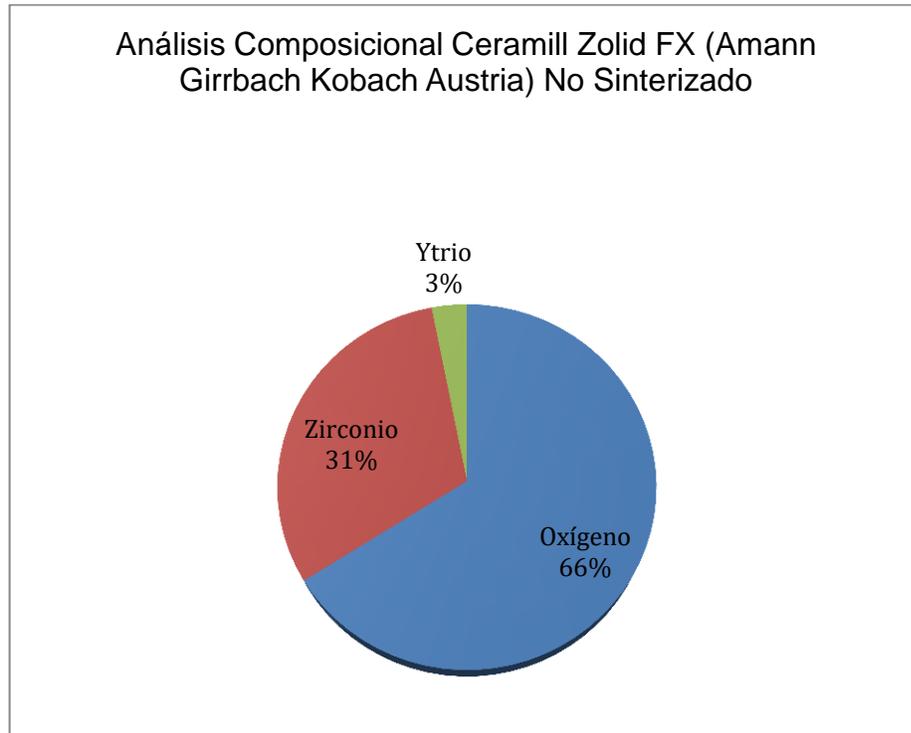


Figura 42. Espectroscopía de Fotoelectrones Emitidos por Rayos X para el análisis composicional de Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) no sinterizado. Fuente Directa

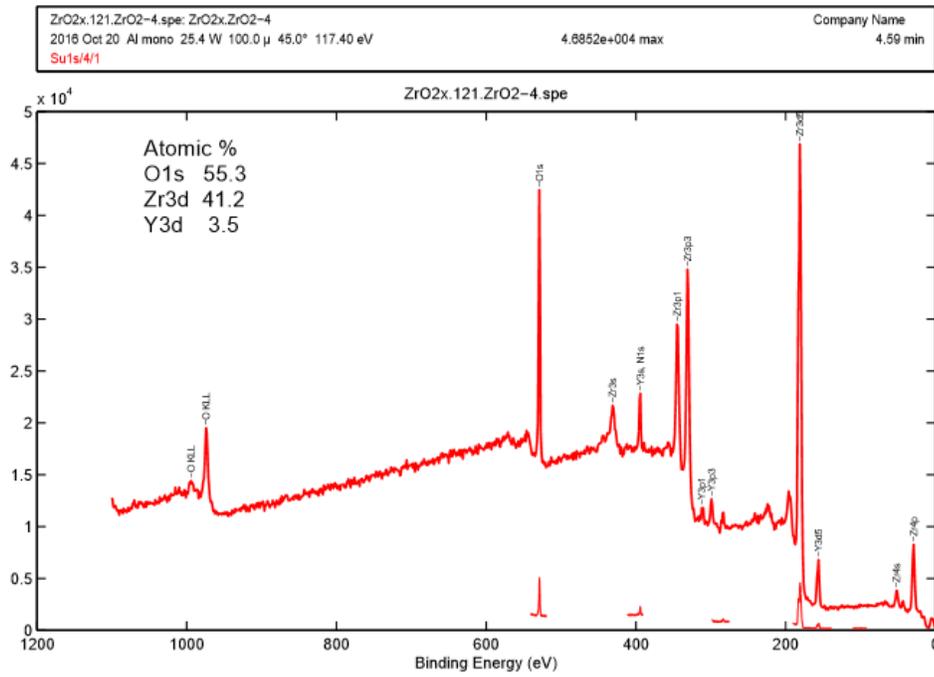


**Figura 43. Análisis composicional de la muestra Ceramill Zolid FX® (Amann Girschbach Kobach Austria) No Sinterizada.** Fuente Directa

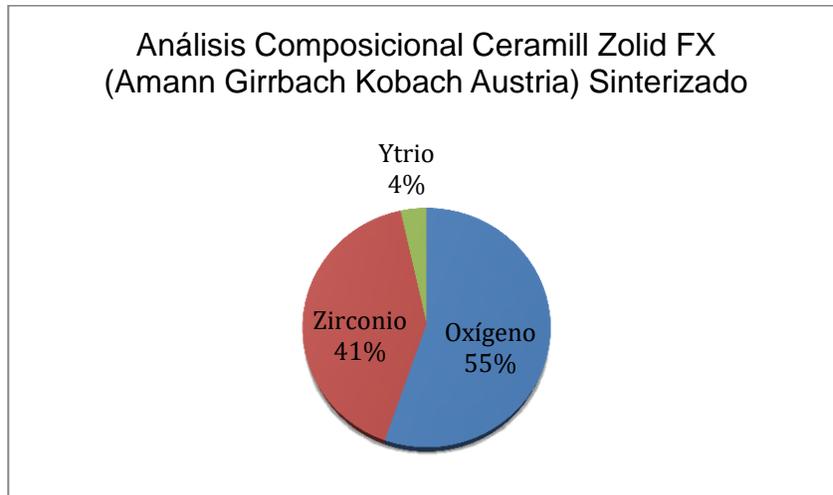
### 10.5.1.2. Muestra Sinterizada

El resultado que se obtuvo tras realizar la prueba de Espectroscopía de Fotoelectrones emitidos por Rayos X arrojó los mismos 3 componentes, los cuales forman la muestra de Ceramill Zolid FX (Amann Girschbach Kobach Austria) que recibió el ciclo de sinterización.

El O se encontró presente en un porcentaje del 55.3%, mientras que el Zr en un 41.2% y el Y 3.5%.



**Figura 44. Espectroscopía de Fotoelectrones Emitidos por Rayos X para el análisis composicional de Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) sinterizado.** Fuente Directa



**Figura 45. Análisis composicional de la muestra Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) Sinterizada.** Fuente Directa

## 10.5.2. NexxZr T® (Sagemax WA USA)

### 10.5.2.1. No sinterizado

El resultado que se obtuvo al realizar la prueba de Espectroscopía de Fotoelectrones emitidos por Rayos X arrojó 3 componentes encontrados en la muestra de NexxZr T® (Sagemax WA USA) no sinterizada; O, Zr e Y.

El O representó un porcentaje del 67%, mientras que el Zr estuvo presente en un 30.4% y por último el Y, con tan solo el 2.6% del total de la muestra.

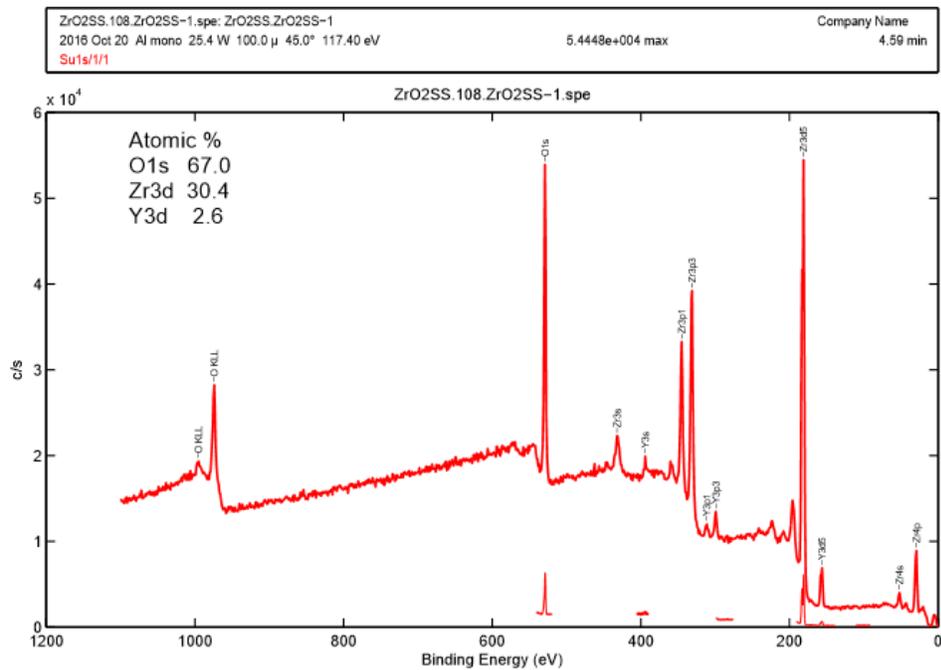
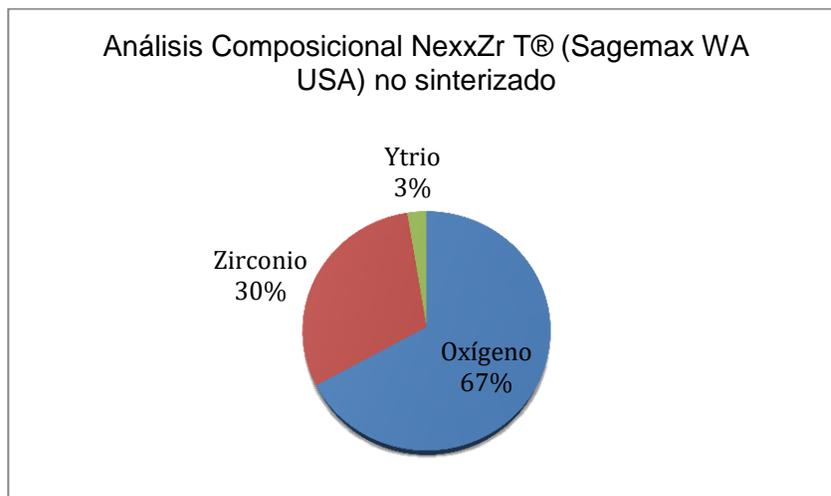


Figura 46. Espectroscopía de Fotoelectrones Emitidos por Rayos X para el análisis composicional de NexxZr T® (Sagemax WA USA) no sinterizado. Fuente Directa



**Figura 47. Análisis composicional de la muestra NexxZr T® (Sagemax WA USA) no sinterizado.** Fuente Directa

### 10.5.2.2. Sinterizado

El resultado que se obtuvo tras realizar la prueba de Espectroscopía de Fotoelectrones emitidos por Rayos X arrojó los mismos 3 componentes, los cuales forman la muestra de NexxZr T® (Sagemax WA USA) que recibió el ciclo de sinterización.

El O se encontró presente en un porcentaje del 52.4%, mientras que el Zr en un 44.9% y el Y 2.6%.

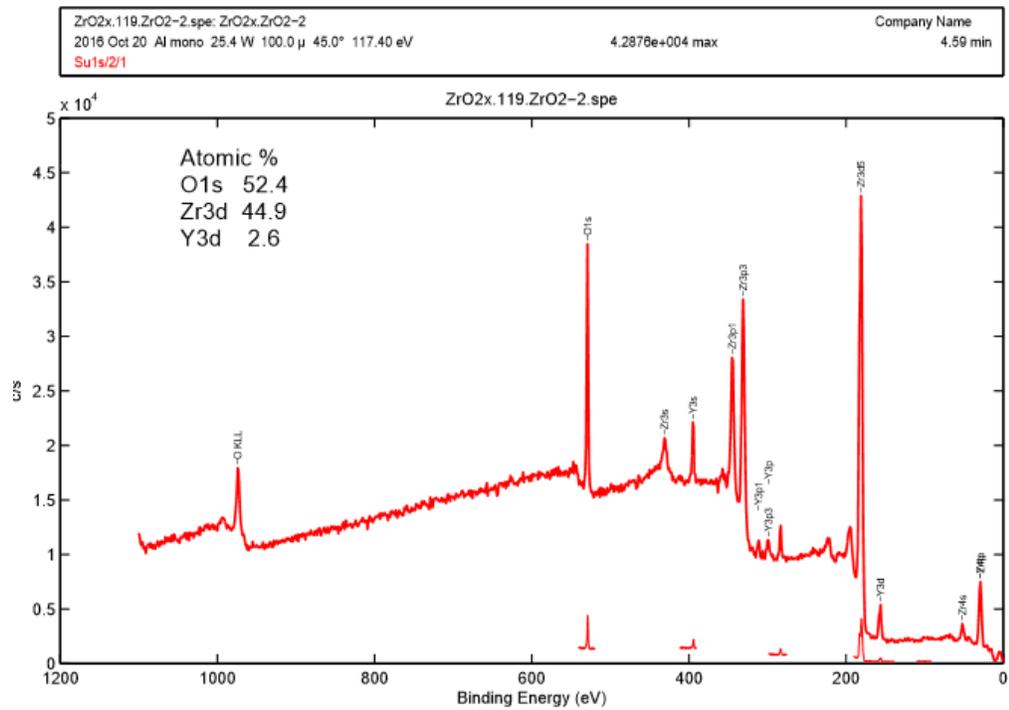


Figura 48. Espectroscopía de Fotoelectrones Emitidos por Rayos X para el análisis composicional de NexxZr T® (Sagemax WA USA) sinterizado. Fuente Directa

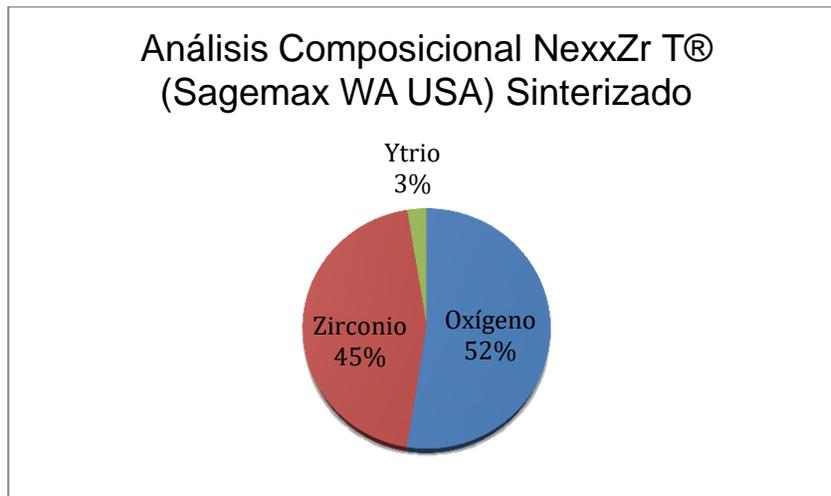


Figura 49. Análisis composicional de la muestra NexxZr T® (Sagemax WA USA) sinterizado. Fuente Directa

### 10.5.3. Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy).

#### 10.5.3.1. No Sinterizado

El resultado que se obtuvo al realizar la prueba de Espectroscopia de Fotoelectrones emitidos por Rayos X arrojó 3 componentes encontrados en la muestra de Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) no sinterizado; O, Zr e Y.

El O representó un porcentaje del 64.7%, mientras que el Zr estuvo presente en un 33.1% y por último el Y, con tan solo el 2.3% del total de la muestra.

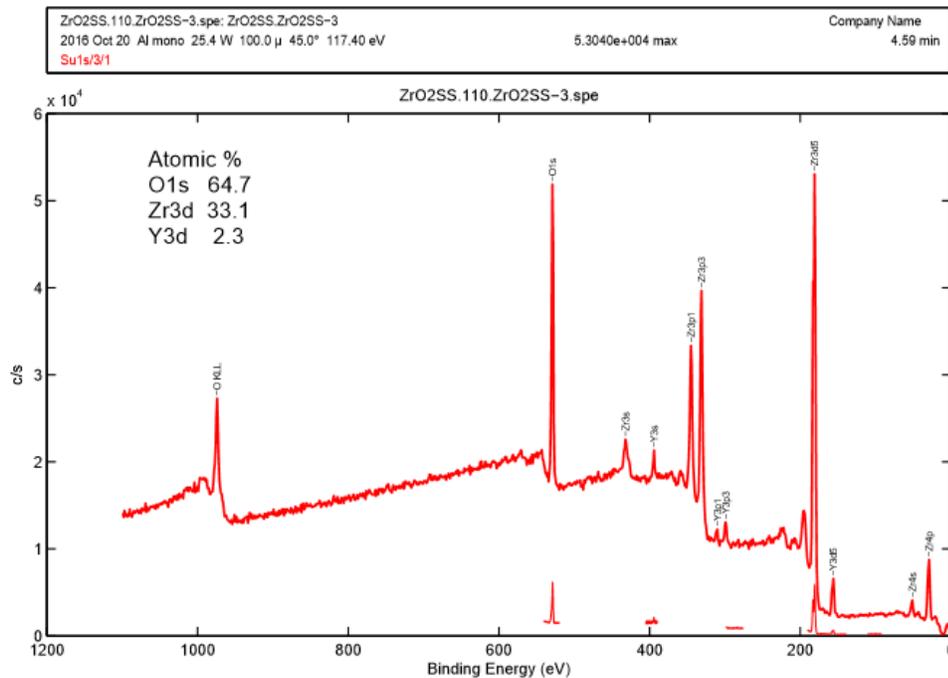
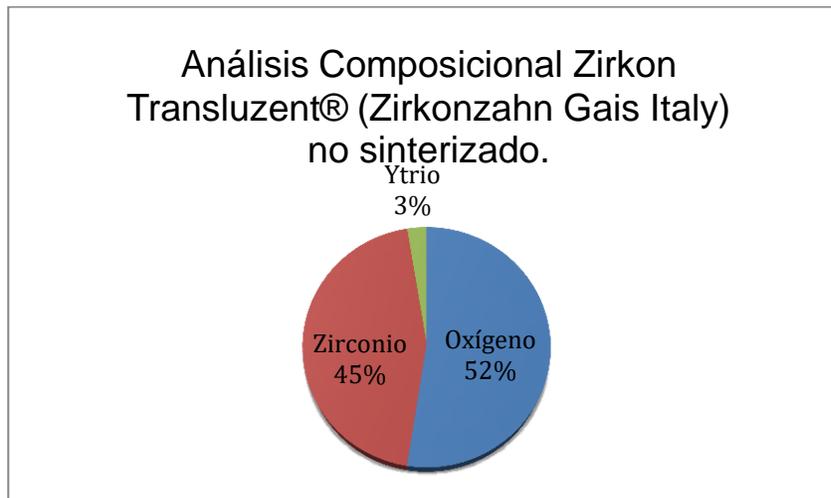


Figura 50. Espectroscopia de Fotoelectrones Emitidos por Rayos X para el análisis composicional de Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) no sinterizado. Fuente Directa



**Figura 51. Análisis composicional de la muestra Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) no sinterizado.** Fuente Directa

### 10.5.3.2. Sinterizado.

El resultado que se obtuvo tras realizar la prueba de Espectroscopía de Fotoelectrones emitidos por Rayos X arrojó los mismos 3 componentes, los cuales forman la muestra de Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) que recibió el ciclo de sinterización.

El O se encontró presente en un porcentaje del 52.8%, mientras que el Zr en un 44.5% y el Y 2.7%.

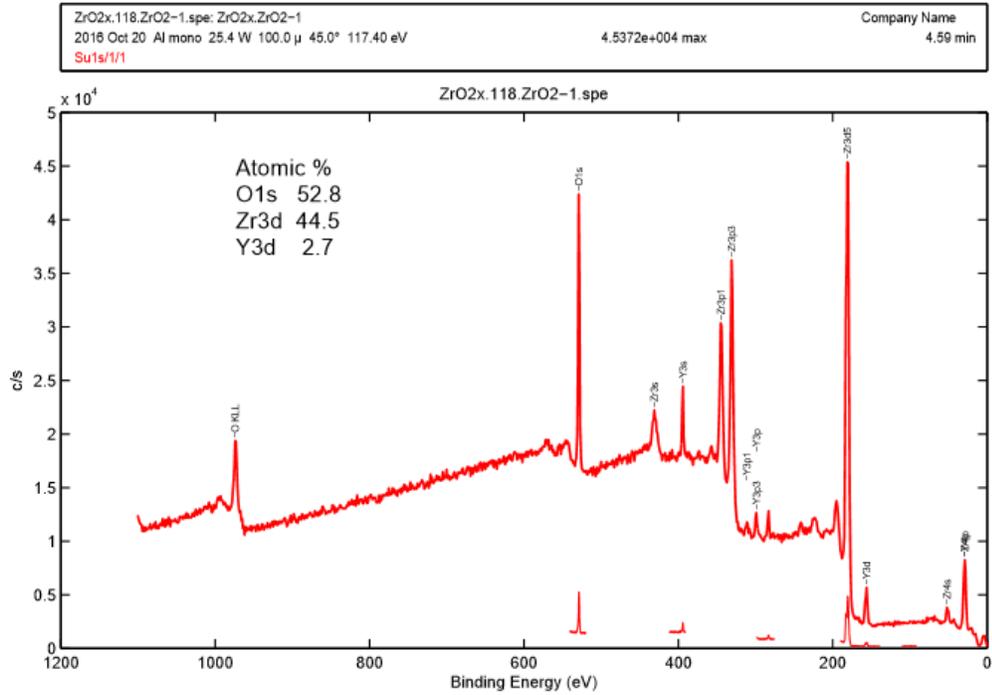


Figura 52. Espectroscopía de Fotoelectrones Emitidos por Rayos X para el análisis composicional de Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) sinterizado. Fuente Directa

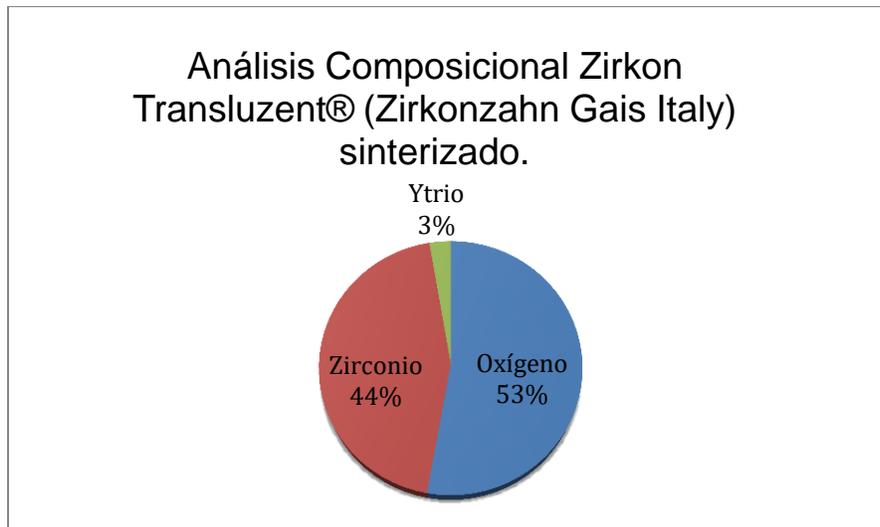


Figura 53. Análisis composicional de la muestra Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) sinterizado. Fuente Directa

## 10.5.4. inCoris TZI® (Sirona Bensheim Germany)

### 10.5.4.1. No Sinterizado

El resultado que se obtuvo al realizar la prueba de Espectroscopía de Fotoelectrones emitidos por Rayos X arrojó 3 componentes encontrados en la muestra de inCoris TZI® (Sirona Bensheim Germany) no sinterizado; O, Zr e Y.

El O representó un porcentaje del 65.2%, mientras que el Zr estuvo presente en un 32.3% y por último el Y, con tan solo el 2.5% del total de la muestra.

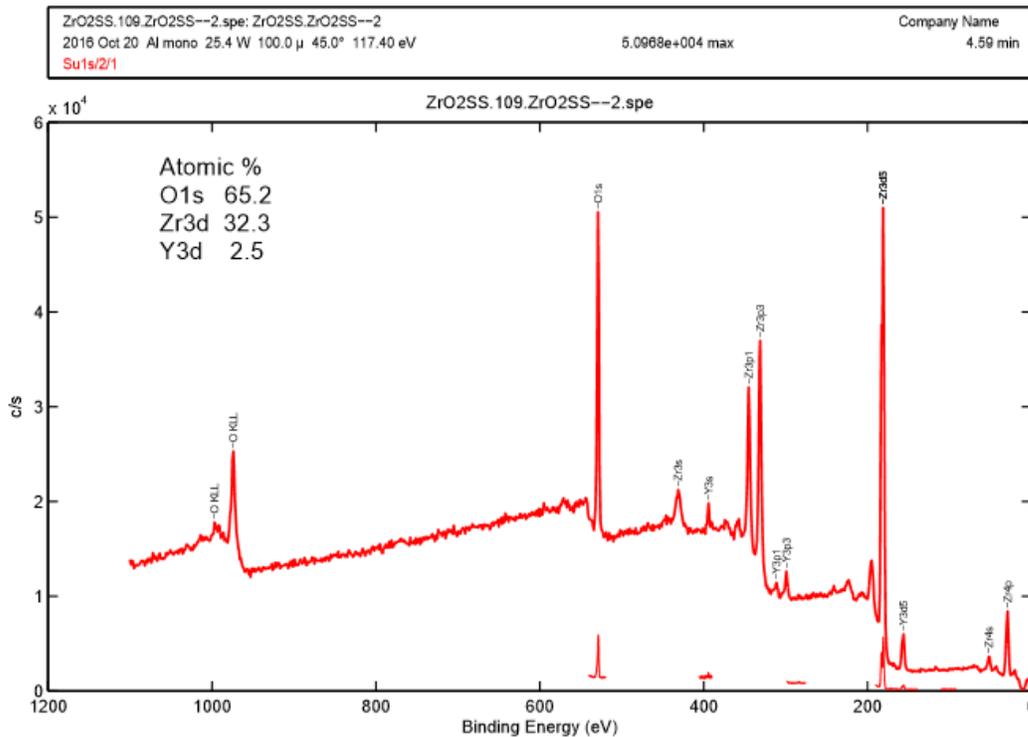
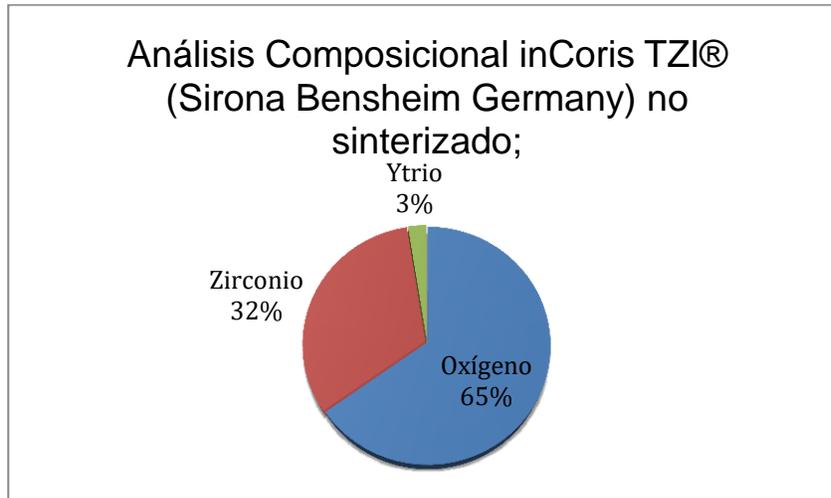


Figura 54. Espectroscopía de Fotoelectrones Emitidos por Rayos X para el análisis composicional de inCoris TZI® (Sirona Bensheim Germany) no sinterizado. Fuente Directa



**Figura 55. Análisis composicional de la muestra inCoris TZI® (Sirona Bensheim Germany) no sinterizado.** Fuente Directa

**Figura 47.**

#### **10.5.4.2. Sinterizada**

El resultado que se obtuvo tras realizar la prueba de Espectroscopía de Fotoelectrones emitidos por Rayos X arrojó los mismos 3 componentes, los cuales forman la muestra de Composicional inCoris TZI® (Sirona Bensheim Germany) que recibió el ciclo de sinterización.

El O se encontró presente en un porcentaje del 53%, mientras que el Zr en un 43.9% y el Y 3.1%.

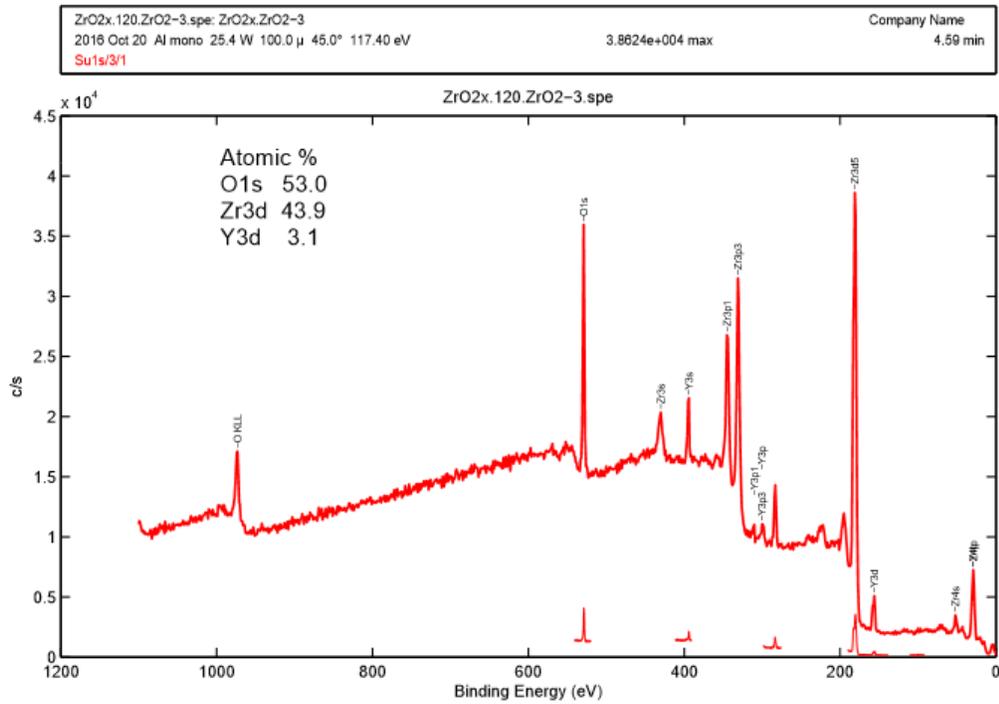


Figura 56. Espectroscopía de Fotoelectrones Emitidos por Rayos X para el análisis composicional de inCoris TZI® (Sirona Bensheim Germany) sinterizado. Fuente Directa

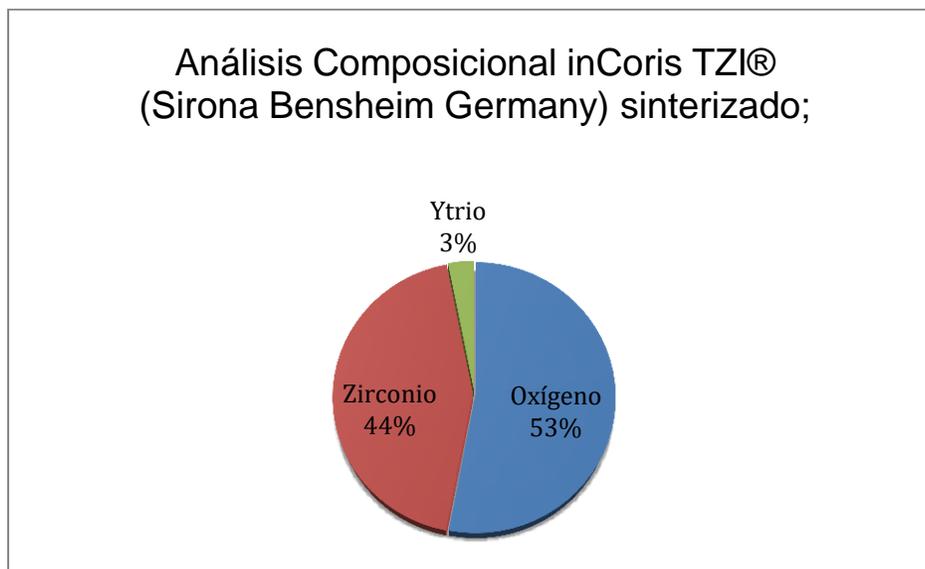


Figura 57. Análisis composicional de la muestra inCoris TZI® (Sirona Bensheim Germany) sinterizado. Fuente Directa

## 10.6. Angulo de Contacto (Mojabilidad)

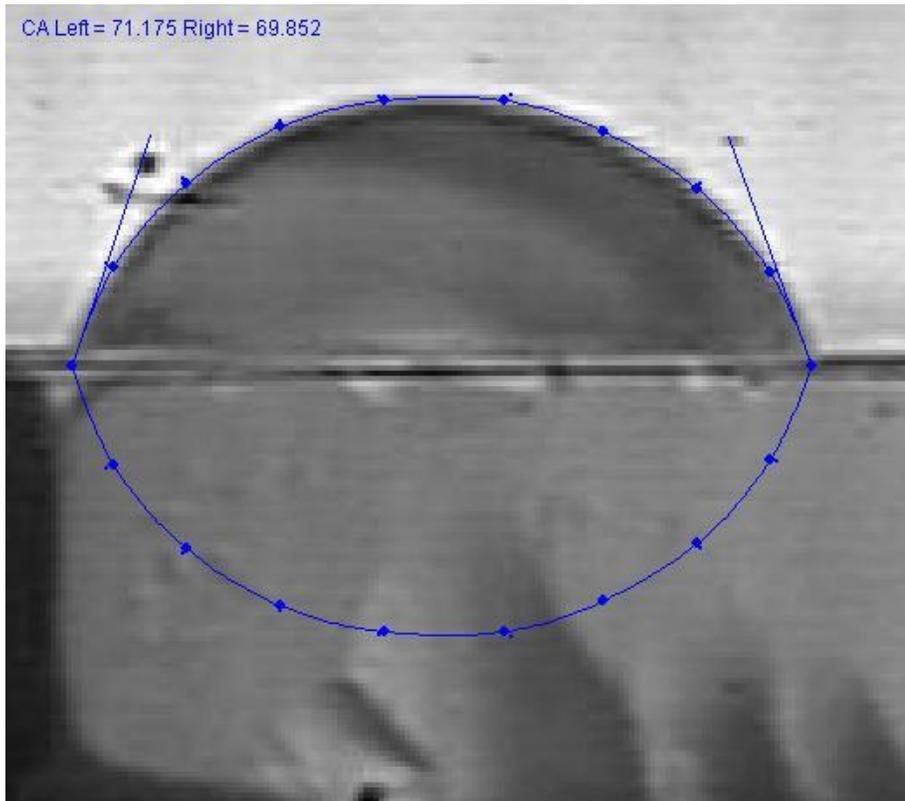
### 10.6.1. Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria)

#### 10.6.1.1. Muestras no Sinterizadas

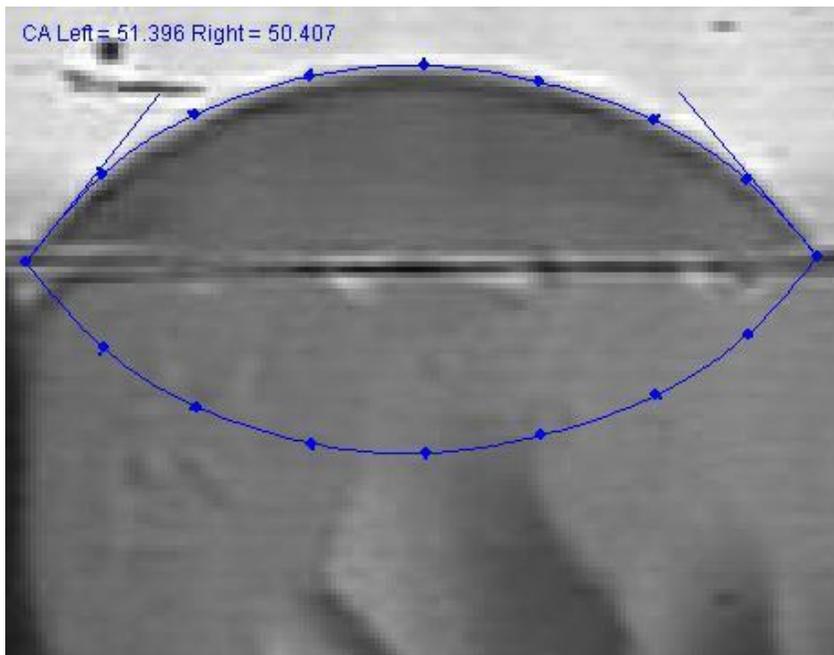
Cuando la muestra cerámica no recibió tratamiento previo de sinterización existió una disminución del ángulo de contacto (CA) en función del tiempo, en el cual la gota desapareció en un tiempo de 3.25 segundos de exposición sobre la muestra debido a la absorción superficial de dicho material, como se puede apreciar en la Tabla 13 y Figuras 58 a 62. Esto nos dice que la composición estructural de la muestra cerámica permite el paso de moléculas de agua en su estructura, deduciendo que presentaba porosidad.

Muestra	Tiempo (s)	CA Left (°)	CA Right (°)
CERAMIL NS 01 00094	0,000	71,175	69,852
CERAMIL NS 01 00098	1,000	51,396	50,407
CERAMIL NS 01 00102	2,000	32,452	33,712
CERAMIL NS 01 00106	3,000	7,546	7,135

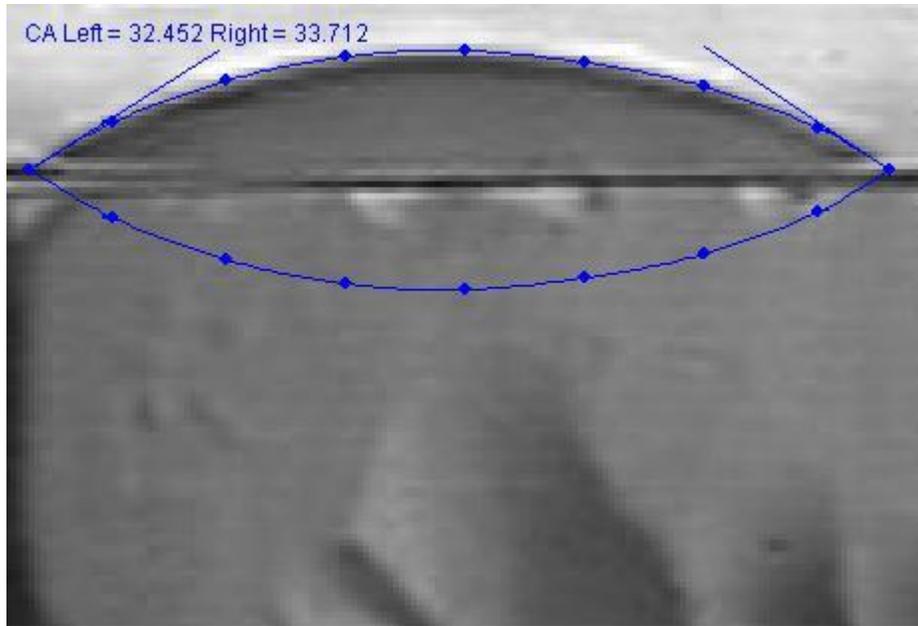
Tabla 13. Ángulo de contacto de gota de agua tri-distilada colocada en la superficie interna de una muestra de Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) Sin Sinterizar.



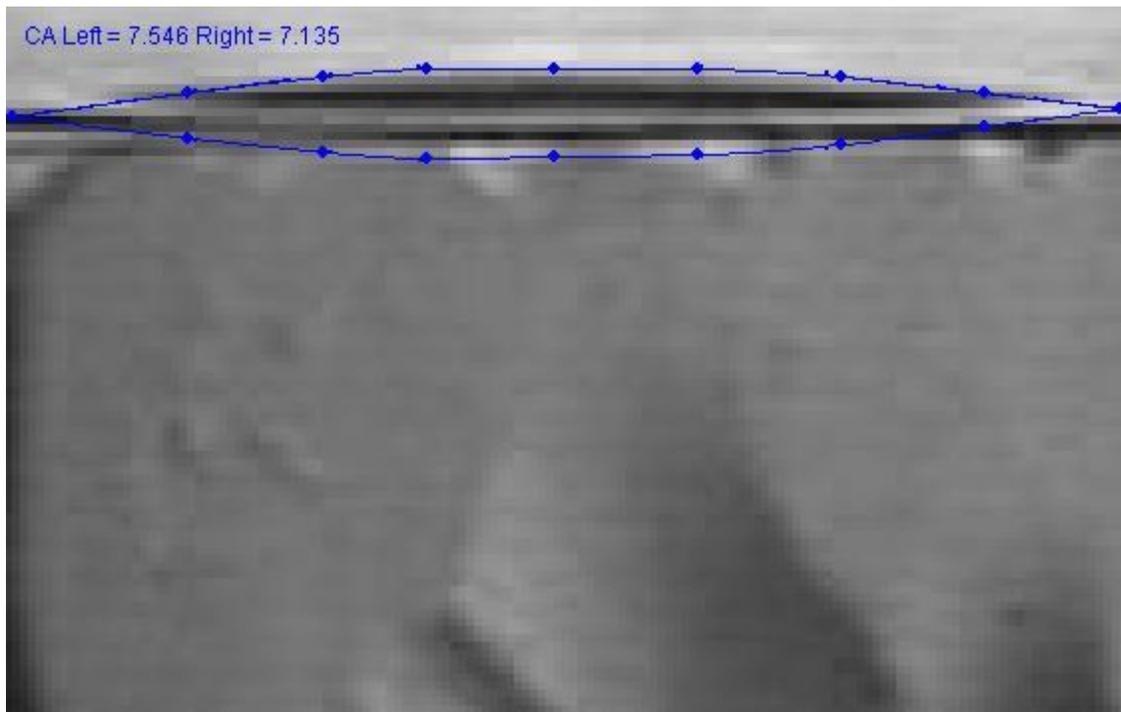
**Figura 58. Muestra comercial de cerámica Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 0.000 segundos.**



**Figura 59. Muestra comercial de cerámica Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 1.000 segundos.**



**Figura 60. Muestra comercial de cerámica Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 2.000 segundos.**



**Figura 61. Muestra comercial de cerámica Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 3.000 segundos.**



**Figura 62. Muestra comercial de cerámica Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 3.250 segundos.**

#### **10.6.1.2. Muestra Sinterizada**

La muestra de Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) al ser sometida al ciclo de sinterización sugerido por el fabricante, mostró un Ángulo de Contacto (CA) relativamente constante con respecto al tiempo transcurrido, como se observa en la Tabla 14 y Figuras 63 a 67. Por lo que podemos deducir que sufrió un cambio composicional en su estructura, de tal forma que redujo su porosidad. Obteniendo una desviación estándar promedio de  $\pm 3.50^\circ$  y Varianza de  $12.23^\circ$  para el lado izquierdo de la gota (CA Left), mientras que para el lado derecho (CA Right) es de  $\pm 3.31^\circ$  y Varianza de  $10.96^\circ$ , de 0 a 12 segundos. Después de 7 segundos de exposición, la variación del ángulo de contacto fue de  $0.01$  y  $0.6^\circ$ , con una desviación estándar  $\pm 0.1$  y  $\pm 0.8$ , respectivamente. Asimismo, la gota se mantuvo constante durante todo el minuto de análisis, por tal motivo, se optó por presentar solamente resultados hasta los 12 segundos.

Muestra	Tiempo (s)	CA Left (°)	CA Right (°)
CERAMIL S 01 0041	0,000	71,649	70,535
CERAMIL S 01 0053	3,000	67,534	65,730
CERAMIL S 01 0065	6,000	65,385	64,027
CERAMIL S 01 0077	9,000	62,525	62,580
CERAMIL S 01 0089	12,000	62,500	62,061

Tabla 14. Ángulo de contacto de gota de agua tri-distilada colocada en la superficie interna de una muestra de Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) Sinterizada bajo especificaciones del fabricante.

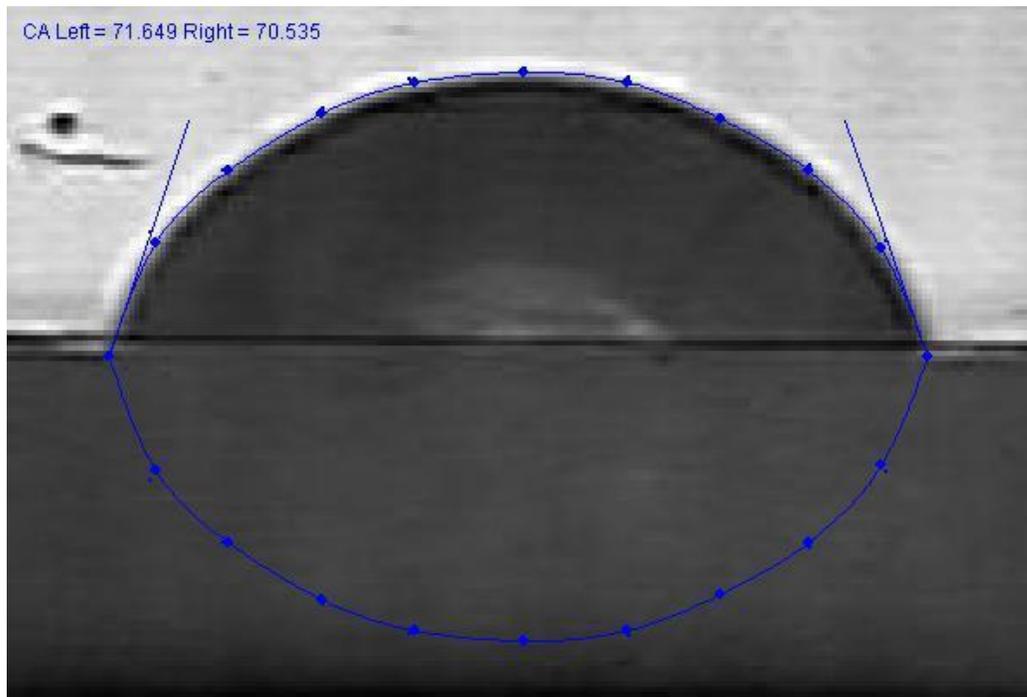
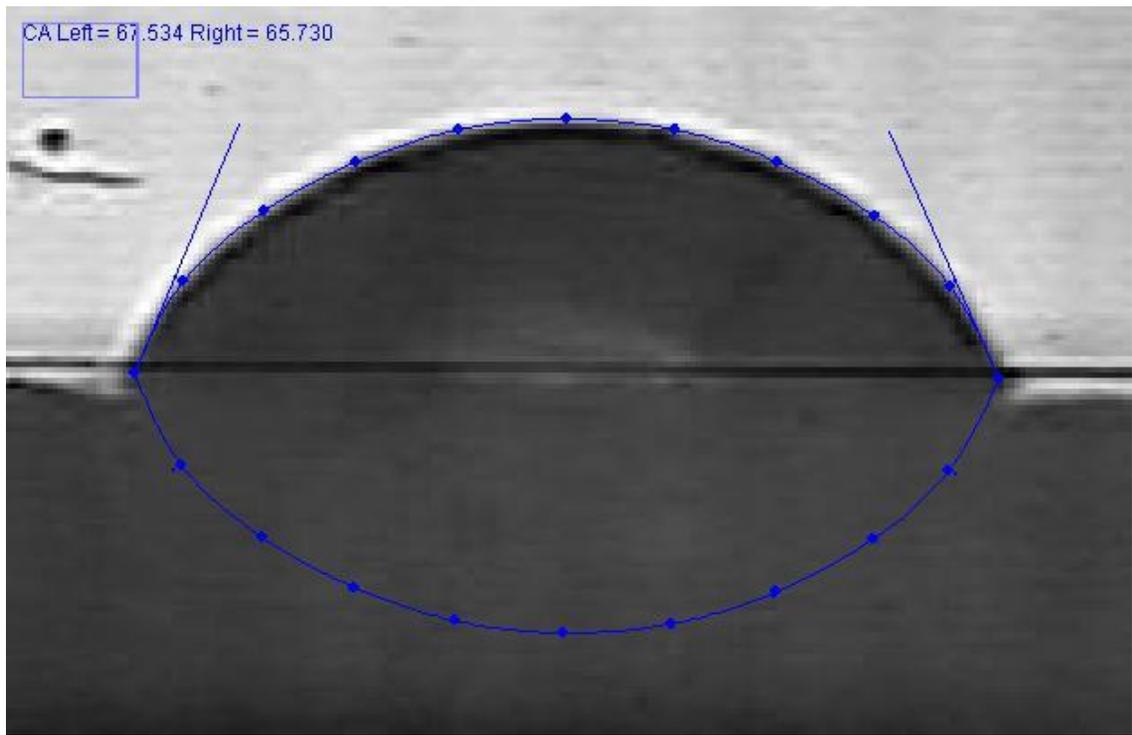
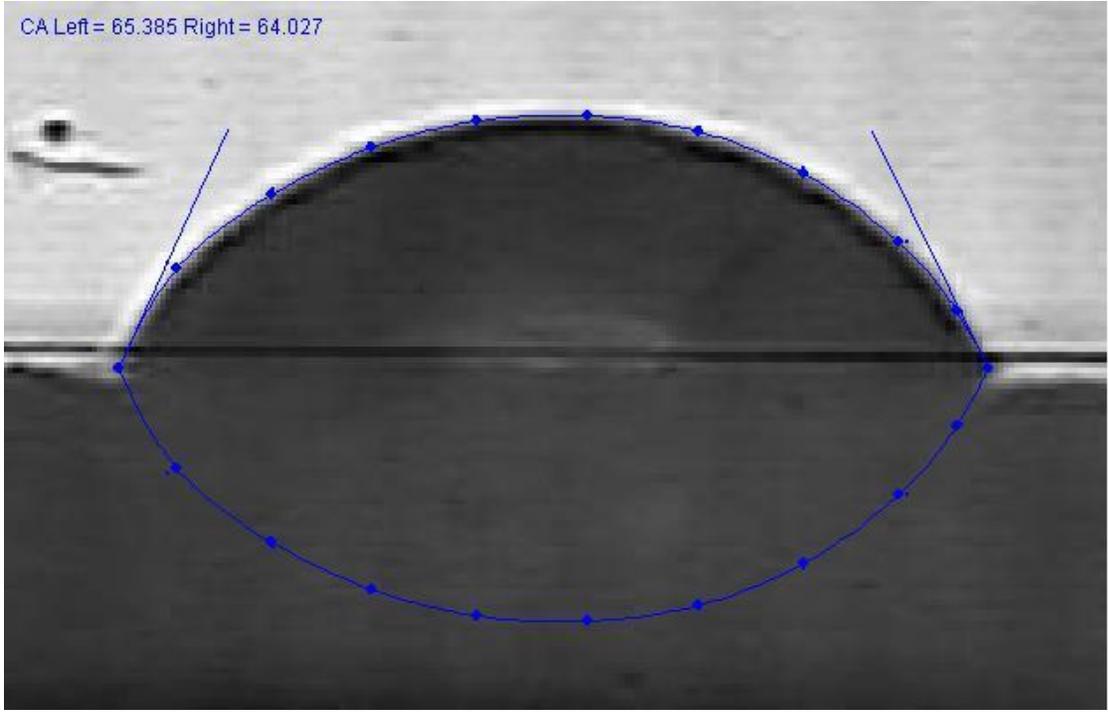


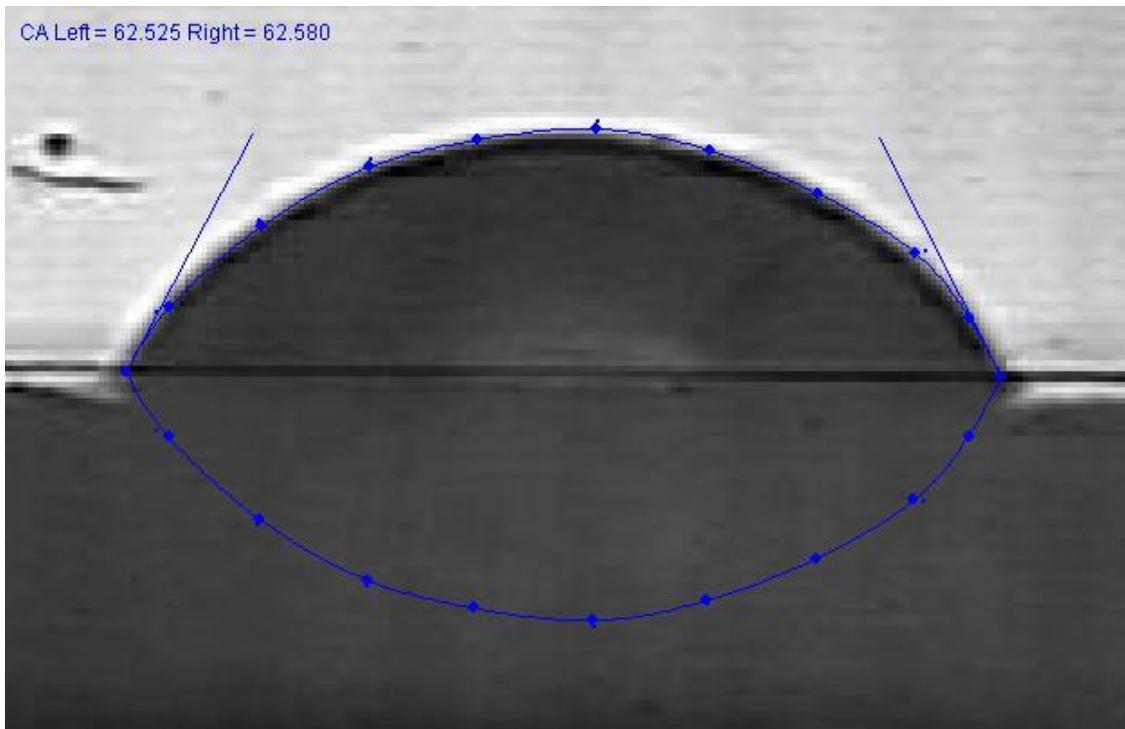
Figura 63. Muestra comercial de cerámica Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) Sinterizada bajo especificaciones del fabricante. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 0.000 segundos.



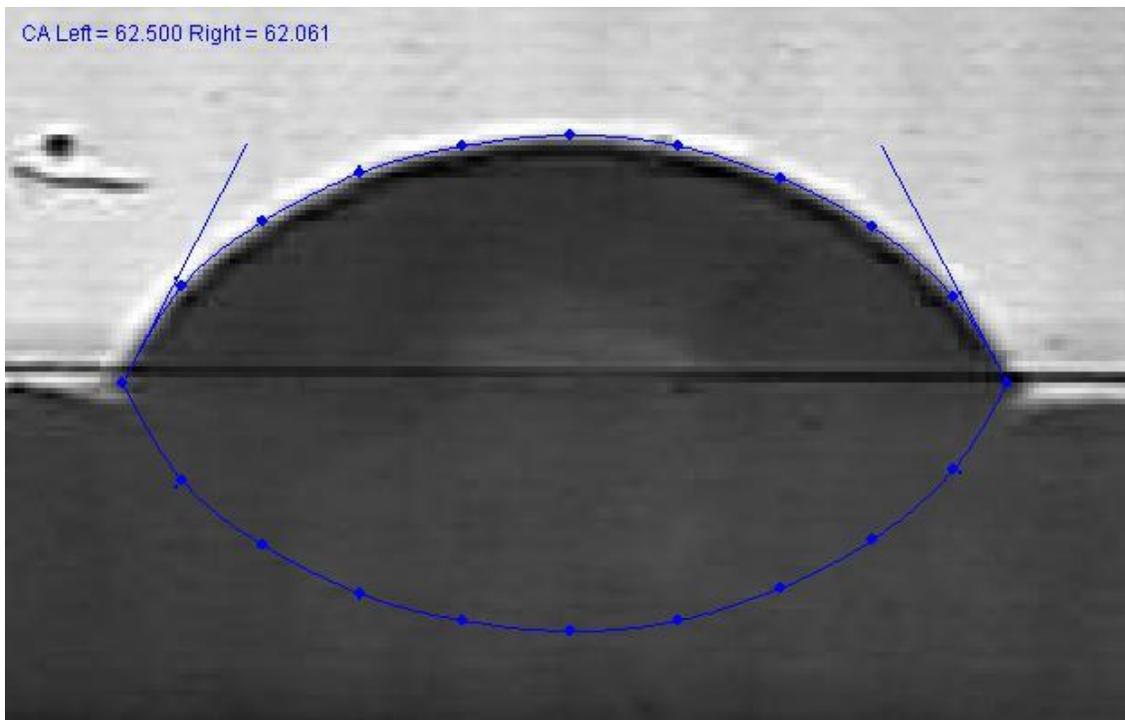
**Figura 64. Muestra comercial de cerámica Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) Sinterizada según especificaciones del fabricante. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 3.000 segundos.**



**Figura 65. Muestra comercial de cerámica Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) Sinterizada según las especificaciones del fabricante. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 6.000 segundos.**



**Figura 66. Muestra comercial de cerámica Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) Sinterizada según especificaciones del fabricante. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 9.000 segundos.**



**Figura 67. Muestra comercial de cerámica Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) Sinterizada según las especificaciones del fabricante. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 12.000 segundos.**

## 10.6.2. Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy)

### 10.6.2.1. Muestra No Sinterizada

Al no sufrir tratamiento térmico, la muestra cerámica Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) presentó una reducción en el Ángulo de Contacto de manera bilateral. La gota de agua colocada en la superficie desapareció después de 2 segundos transcurridos, lo cual nos indicó que el material tenía espacios entre sus moléculas en los cuales el agua podría ocupar un espacio, siendo una superficie relativamente porosa. Estas variaciones se pueden observar en la Tabla 15 y Figuras 68 a 72.

Muestra	Tiempo (s)	CA Left (°)	CA Right (°)
Zirkonzahn NS 01 0087	0,000	72,995	72,494
Zirkonzahn NS 01 0089	0,500	52,034	53,177
Zirkonzahn NS 01 0091	1,000	39,495	40,816
Zirkonzahn NS 01 0093	1,500	24,865	24,734
Zirkonzahn NS 01 0095	2,000	0,000	0,000

Tabla 15. Ángulo de contacto de gota de agua tri-distilada colocada en la superficie interna una muestra de Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) Sin Sinterizar

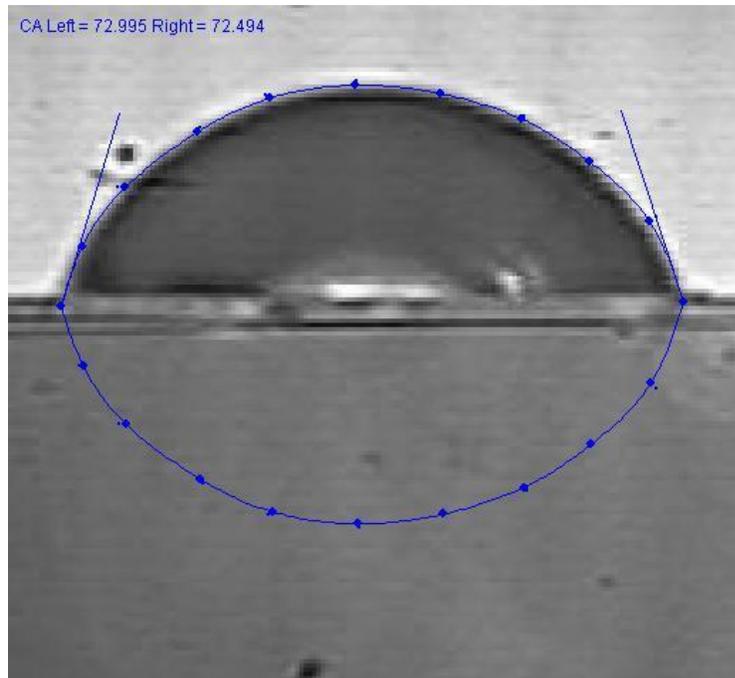
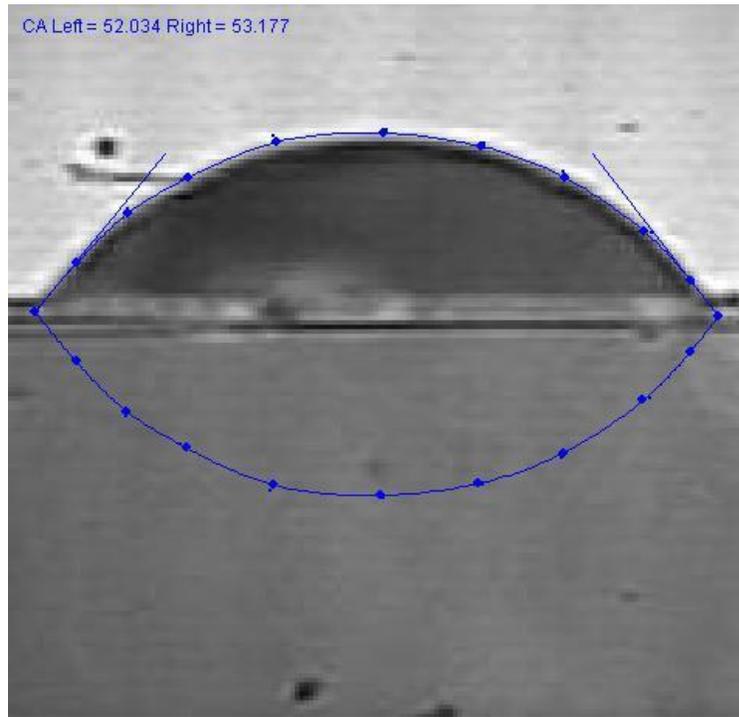
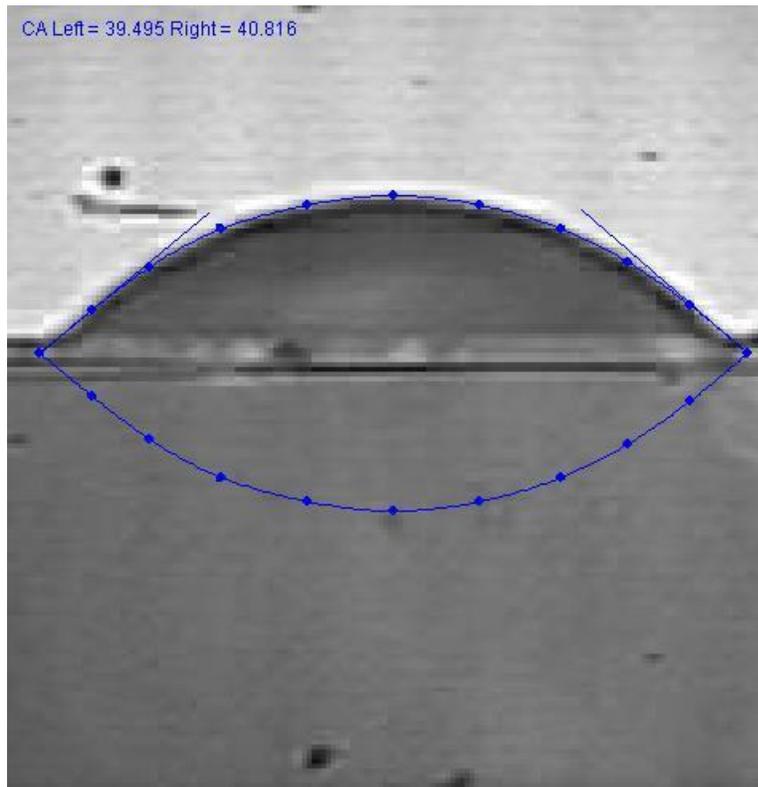


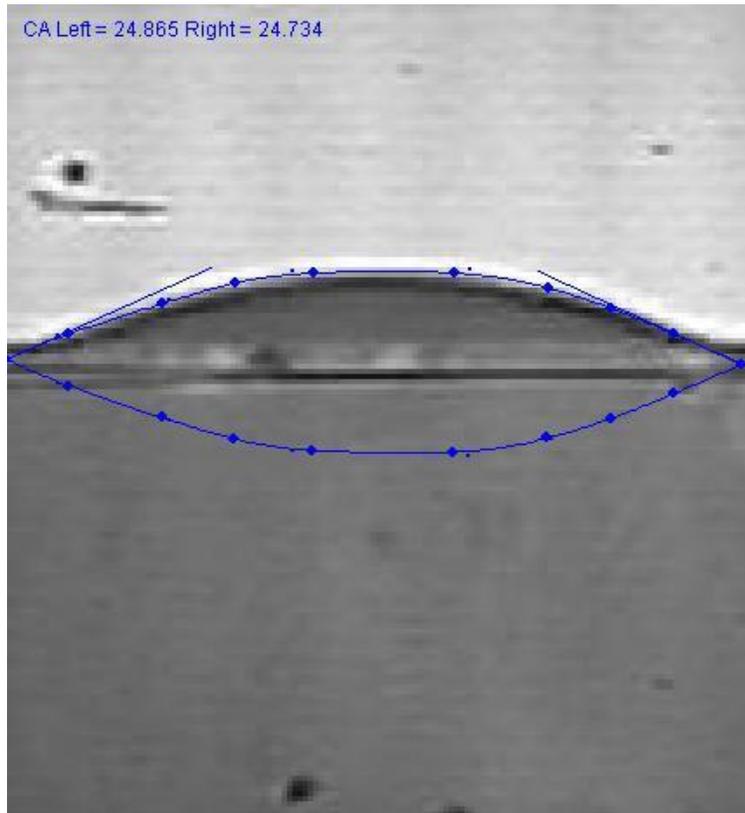
Figura 68. Muestra comercial de cerámica Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 0.000 segundos.



**Figura 69. Muestra comercial de cerámica Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 0.500 segundos.**



**Figura 70. Muestra comercial de cerámica Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 1.000 segundos**



**Figura 71. Muestra comercial de cerámica Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 1.500 segundos.**



**Figura 72. Muestra comercial de cerámica Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 2.000 segundos.**

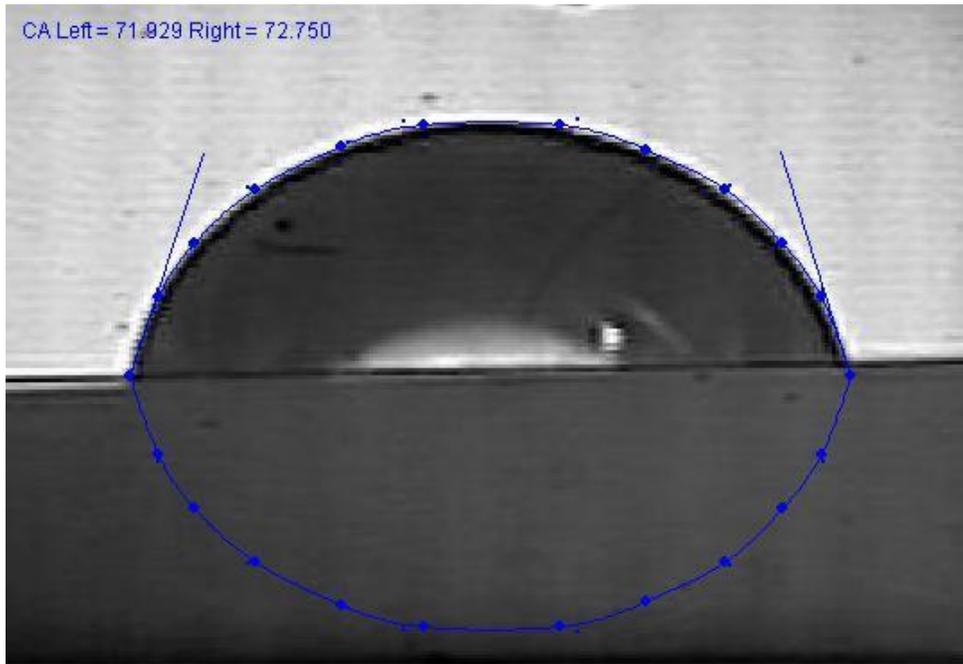
### 10.6.2.2. Muestra Sinterizada

Al someter el material cerámico Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) a las especificaciones sugeridas por el fabricante, se puede observar en la Tabla 16 y Figuras 73 a 77. que el Ángulo de Contacto (CA) en función del tiempo, se mantuvo constante con respecto al tiempo, después de los 3 segundos de exposición. Por lo que podemos deducir que las molecular presentaron un reordenamiento, logrando un cambio conformacional en la estructura del cerámico. Alcanzando una desviación estándar promedio de  $\pm 2.98^\circ$  y Varianza de  $8.85^\circ$  para el lado izquierdo de la gota (CA Left), mientras que para el lado derecho (CA Right) es de  $\pm 3.03^\circ$  y Varianza de  $9.17^\circ$ , de 0 a 12 segundos.

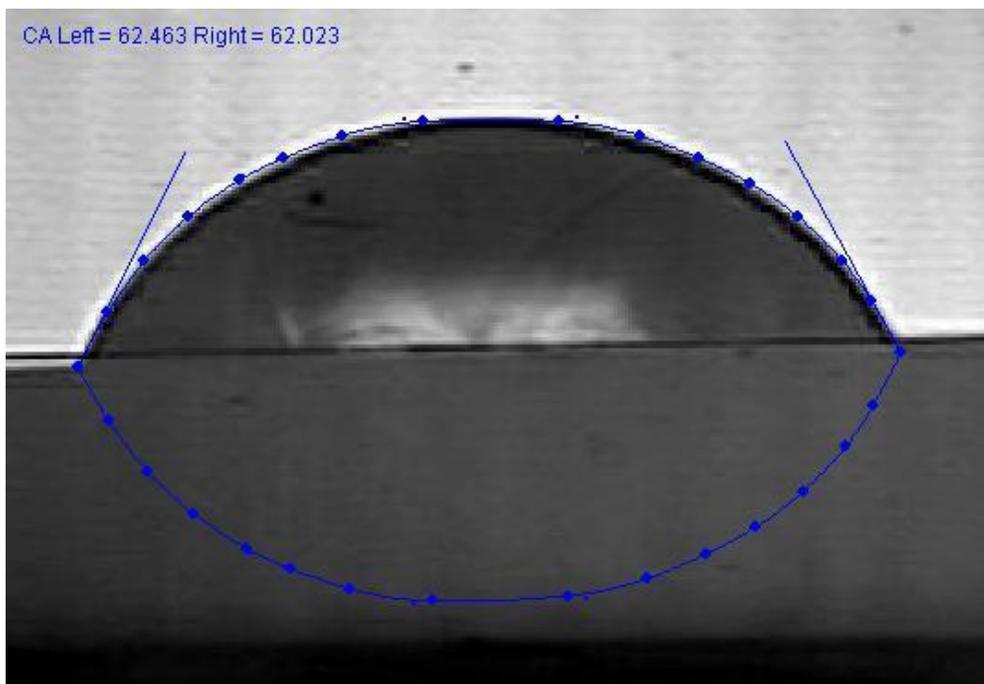
Después de 3 segundos la variación del ángulo de contacto es de  $0.15$  y  $0.11^\circ$ , con una desviación estándar  $\pm 0.4$  y  $\pm 0.3$ , respectivamente. Además, la gota se mantuvo constante durante todo el minuto de análisis, por tal motivo, se optó por presentar solamente resultados hasta los 12 segundos.

Muestra	Tiempo (s)	CA Left ( $^\circ$ )	CA Right ( $^\circ$ )
Zirkonzahn S 01 0000	0,000	71,929	72,75
Zirkonzahn S 01 0012	3,000	62,463	62,023
Zirkonzahn S 01 0024	6,000	61,678	61,87
Zirkonzahn S 01 0036	9,000	61,974	62,376
Zirkonzahn S 01 0048	12,000	61,844	61,561

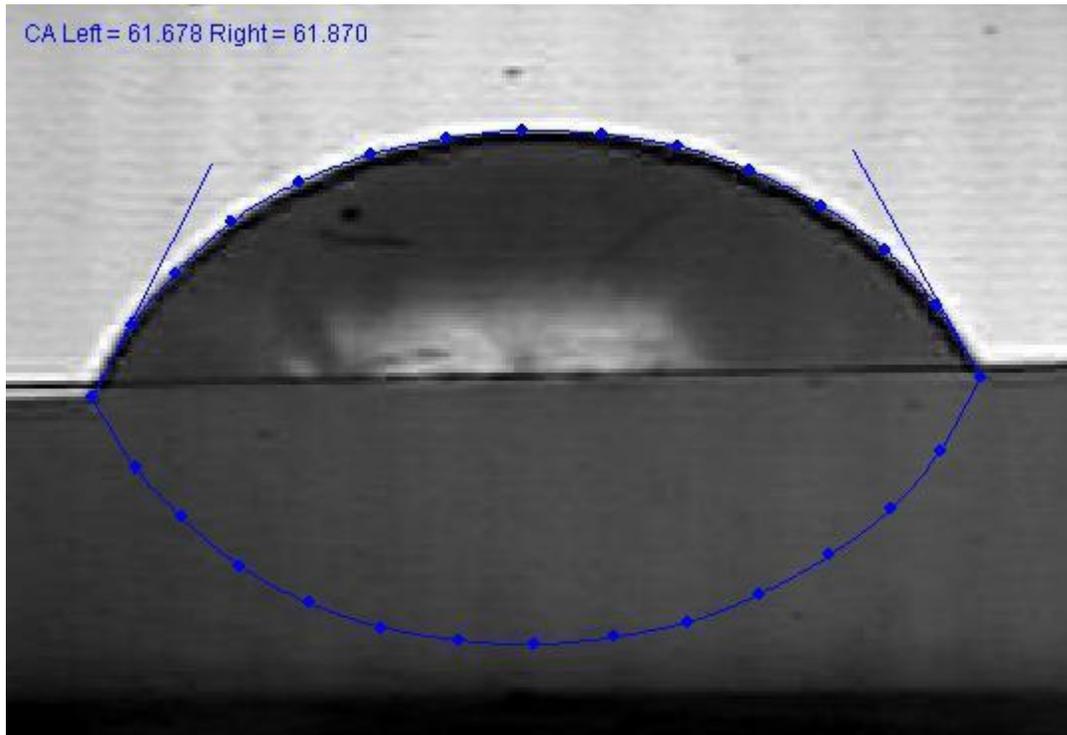
Tabla 16. Ángulo de contacto de gota de agua tri-destilada colocada en la superficie interna de un cerámico comercial, Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) Sinterizada, a T = XXX  $^\circ\text{C}$ .



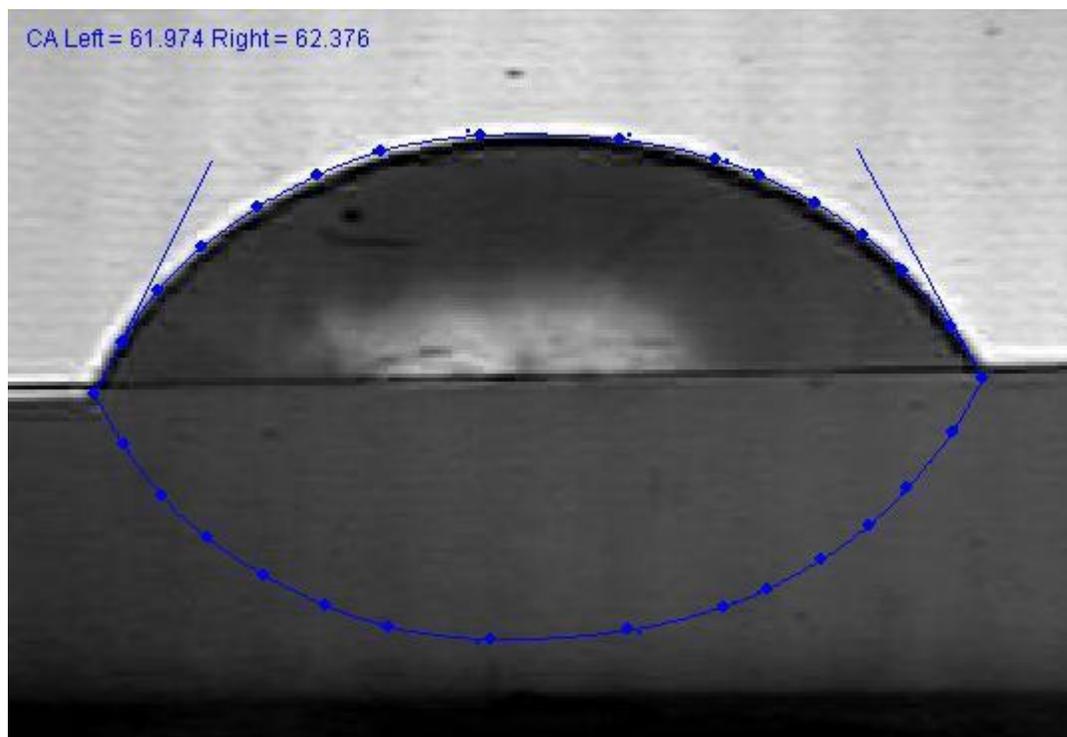
**Figura 73. Muestra comercial de cerámica Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) Sinterizada bajo especificaciones del fabricante. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 0.000 segundos.**



**Figura 74. Muestra comercial de cerámica Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) Sinterizada bajo especificaciones del fabricante. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 3.000 segundos.**



**Figura 75. Muestra comercial de cerámica Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) Sinterizada bajo especificaciones del fabricante. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 6.000 segundos.**



**Figura 76. Muestra comercial de cerámica Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) Sinterizada bajo las especificaciones del fabricante. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 9.000 segundos.**

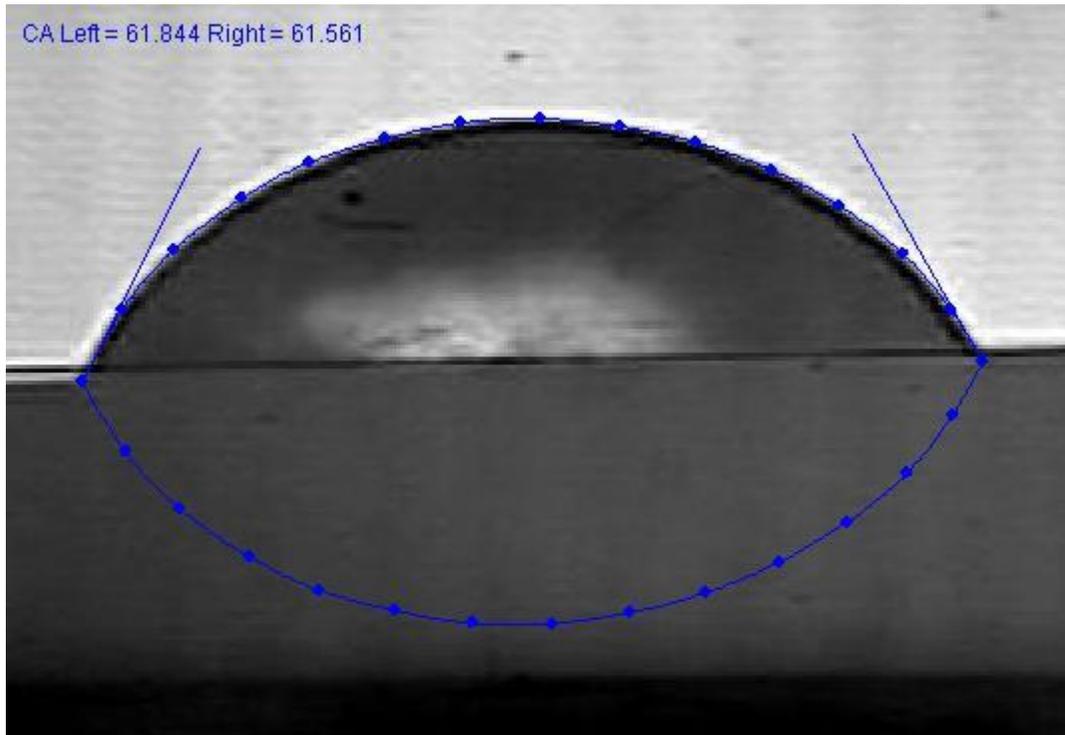


Figura 77. Muestra comercial de cerámica Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) Sinterizada bajo especificaciones del fabricante. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 12.000 segundos.

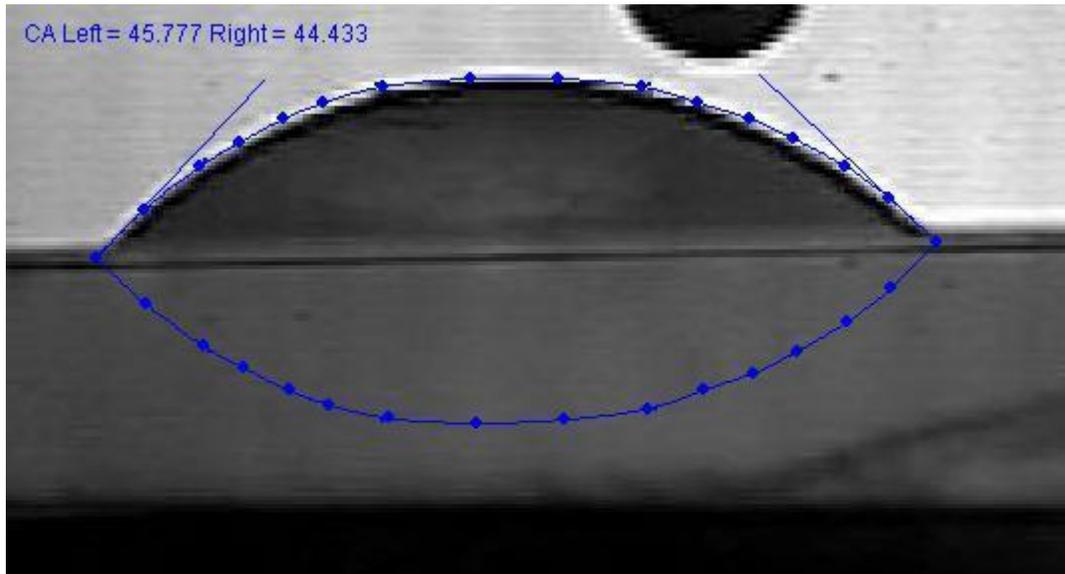
### 10.6.3. NexxZr T® (Sagemax WA USA).

#### 10.6.3.1. Muestra No Sinterizada

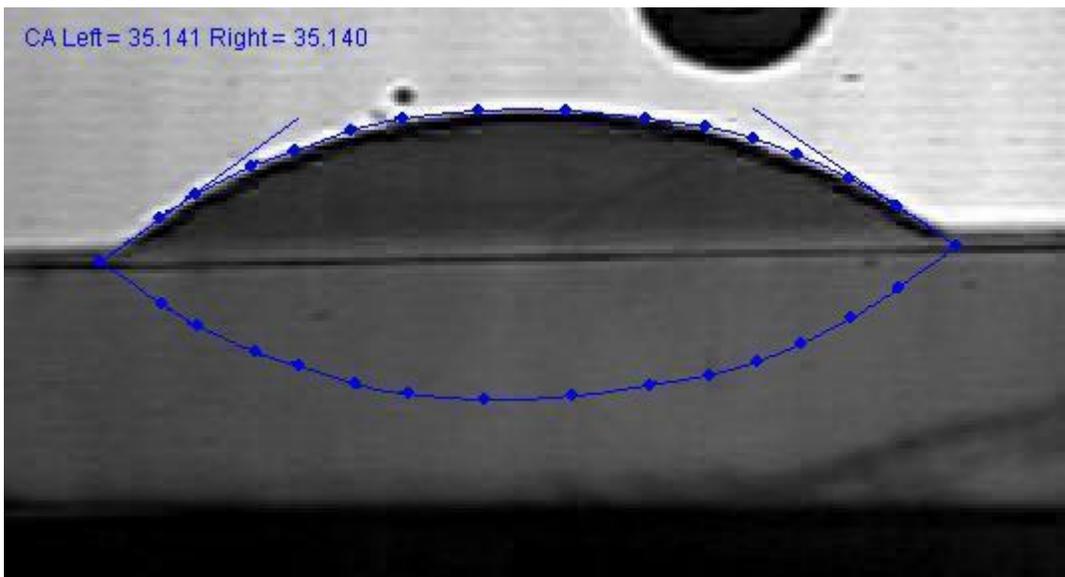
Al analizar la muestra No Sinterizada existió la disminución del Ángulo de Contacto (CA) con respecto al tiempo. La gota desapareció después de 2.5 segundos. Podemos observar en cada una de las Figuras 78 a 82, como se pierde gradualmente la gota, lo que nos reveló que el cerámico comercial absorbió el agua casi de manera lineal y muy rápido. Lo cual podemos corroborar en la Tabla 17.

Muestra	Tiempo (s)	CA Left (°)	CA Right (°)
Sagemax NS 01_001 0082	0,000	45,770	44,433
Sagemax NS 01_001 0084	0,500	35,141	35,140
Sagemax NS 01_001 0086	1,000	26,781	24,824
Sagemax NS 01_001 0090	2,000	11,166	12,833
Sagemax NS 01_001 0092	2,500	5,371	5,238

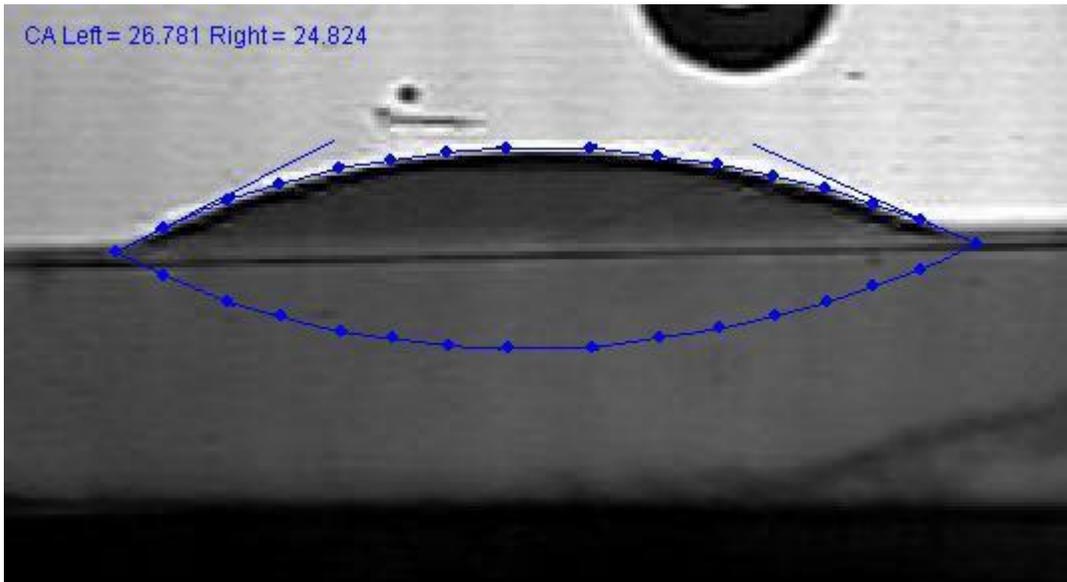
Tabla 17. Ángulo de contacto de gota de agua tri-distilada colocada en la superficie interna de una muestra de NexxZr T® (Sagemax WA USA). Sin Sinterizar.



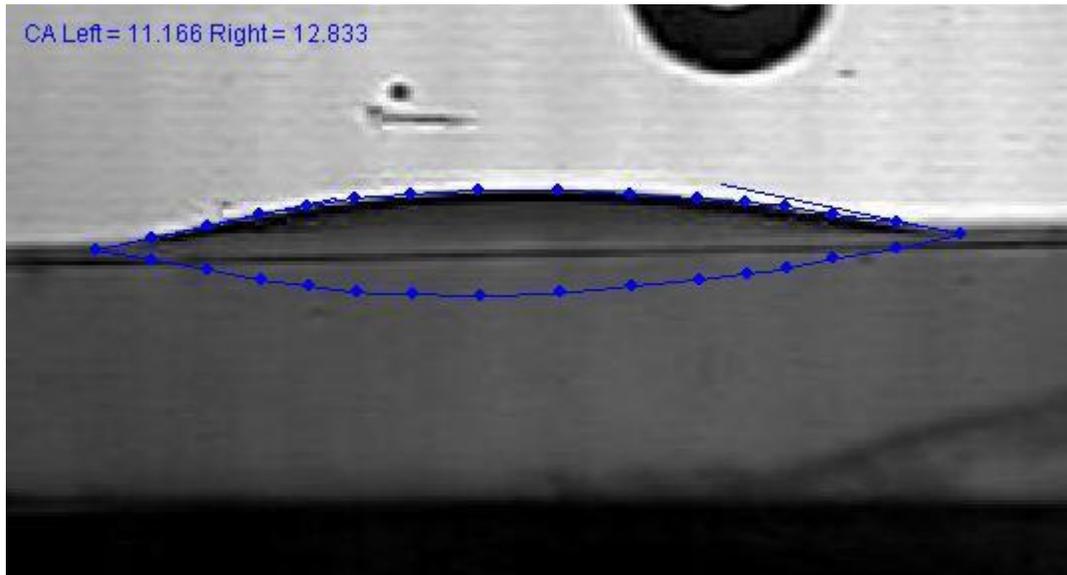
**Figura 78.** Muestra comercial de cerámica NexxZr T® (Sagemax WA USA). No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 0.000 segundos.



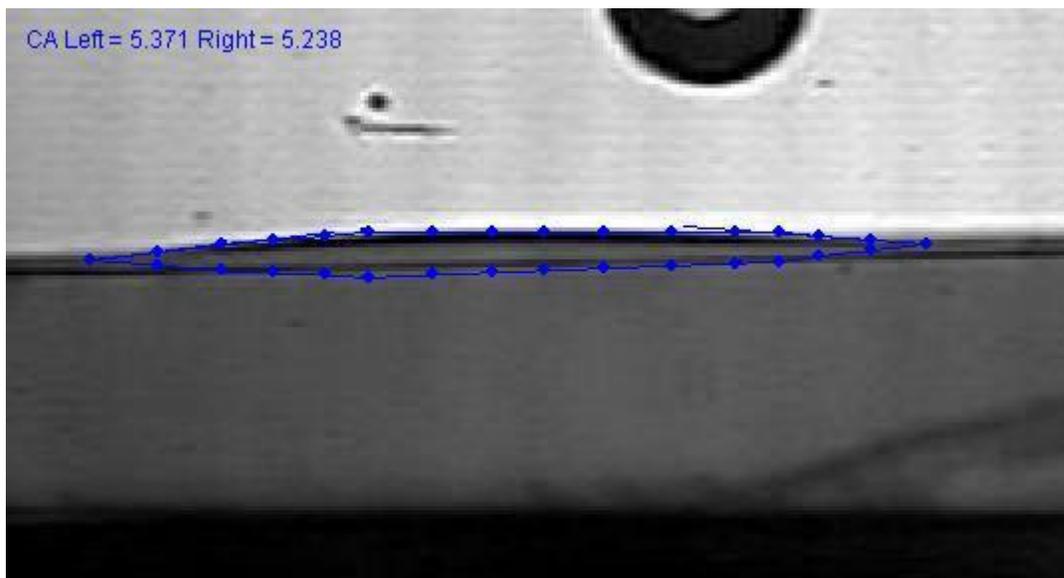
**Figura 79.** Muestra comercial de cerámica NexxZr T® (Sagemax WA USA) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 0.500 segundos.



**Figura 80.** Muestra comercial de cerámica NexxZr T® (Sagemax WA USA) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 1.000 segundos.



**Figura 81.** Muestra comercial de cerámica NexxZr T® (Sagemax WA USA) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 2.000 segundos.



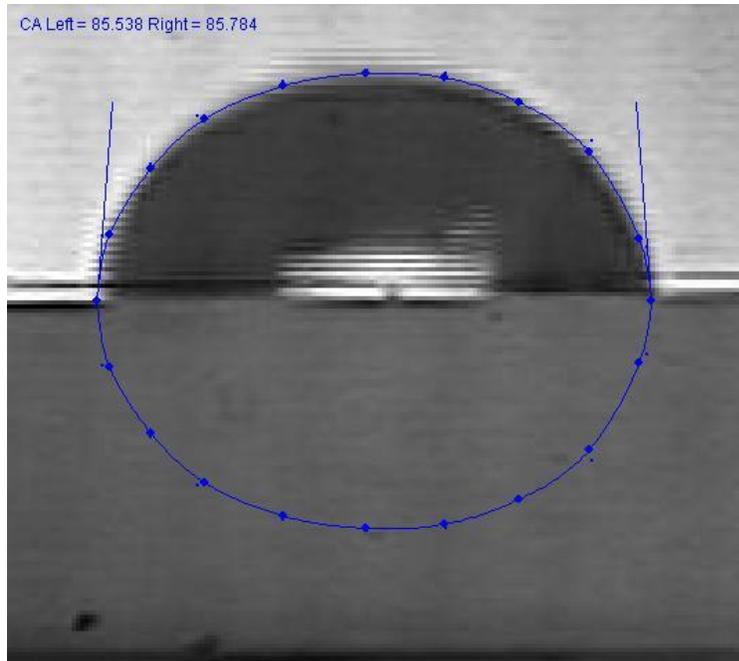
**Figura 82. Muestra comercial de cerámica NexxZr T® (Sagemax WA USA) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 2.500 segundos.**

### 10.6.3.2. Muestra Sinterizada

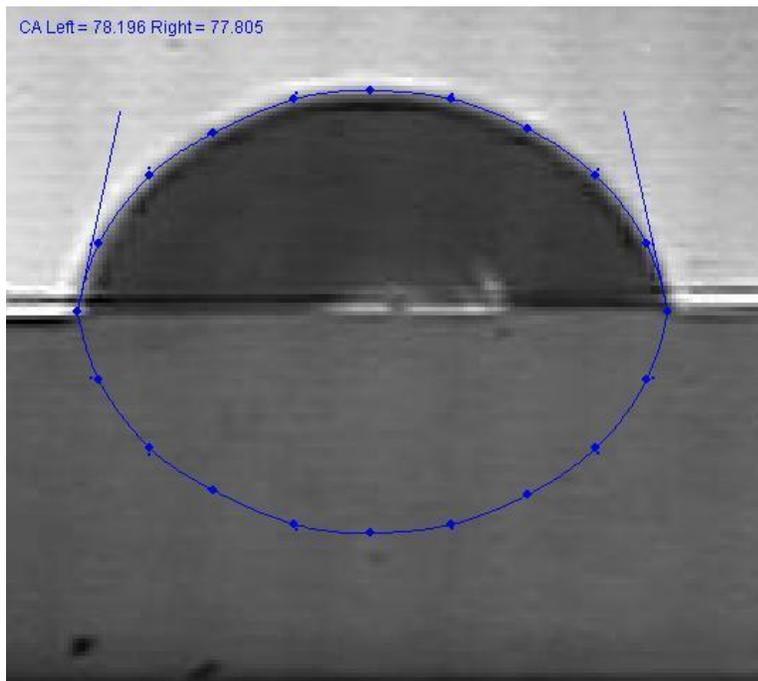
Al analizar el material cerámico NexxZr T® (Sagemax WA USA), sometido a las especificaciones sugeridas por el fabricante, se puede observar en la Tabla 18 y Figuras 83 a 87, que el Ángulo de Contacto (CA) en función del tiempo, se mantuvo constante con respecto al tiempo, después de los 12 segundos de exposición. Por lo que podemos deducir que las moléculas presentan un reordenamiento, logrando un cambio conformacional en la estructura del cerámico. Adquiriendo una desviación estándar promedio de  $\pm 4.58^\circ$  y varianza de  $21.03^\circ$  para el lado izquierdo de la gota (CA Left), mientras que para el lado derecho (CA Right) es de  $\pm 4.86^\circ$  y Varianza de  $23.62^\circ$ , de 0 a 12 segundos. Después de 12 segundos la molécula de agua permaneció constante hasta completar el minuto de análisis.

Muestra	Tiempo (s)	CA Left (°)	CA Right (°)
Sagemax S 01 0187	0,000	85,538	85,784
Sagemax S 01 0199	3,000	78,196	77,805
Sagemax S 01 0205	6,000	75,681	72,169
Sagemax S 01 0211	9,000	74,799	72,958
Sagemax S 01 0217	12,000	71,192	73,188

**Tabla 18. Ángulo de contacto de gota de agua tri-distilada colocada en la superficie interna de un cerámico comercial NexxZr T® (Sagemax WA USA) Sinterizada según las especificaciones del fabricante.**

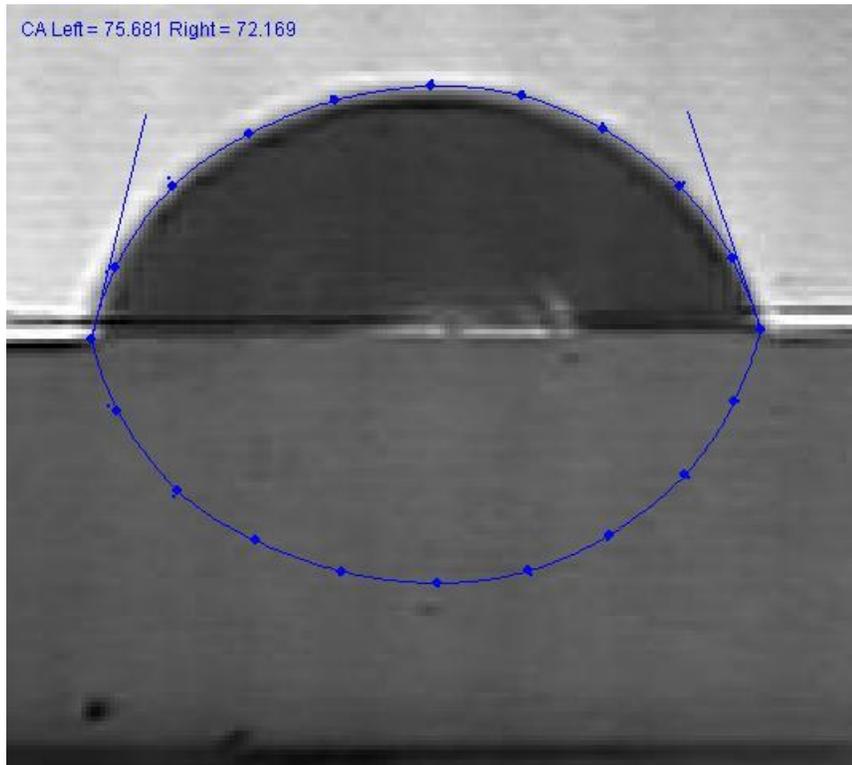


**Figura 83. Muestra comercial de cerámica NexxZr T® (Sagemax WA USA) Sinterizada según las indicaciones del fabricante. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 0.000 segundos.**

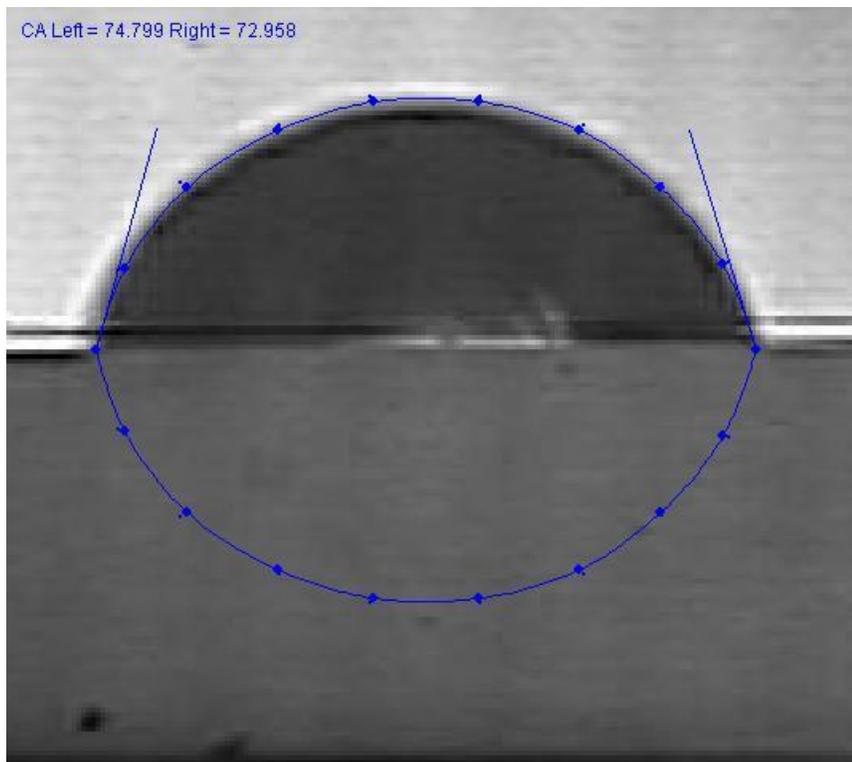


**Figura 84. Muestra comercial de cerámica NexxZr T® (Sagemax WA USA) Sinterizada según las especificaciones del fabricante. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 3.000 segundos.**

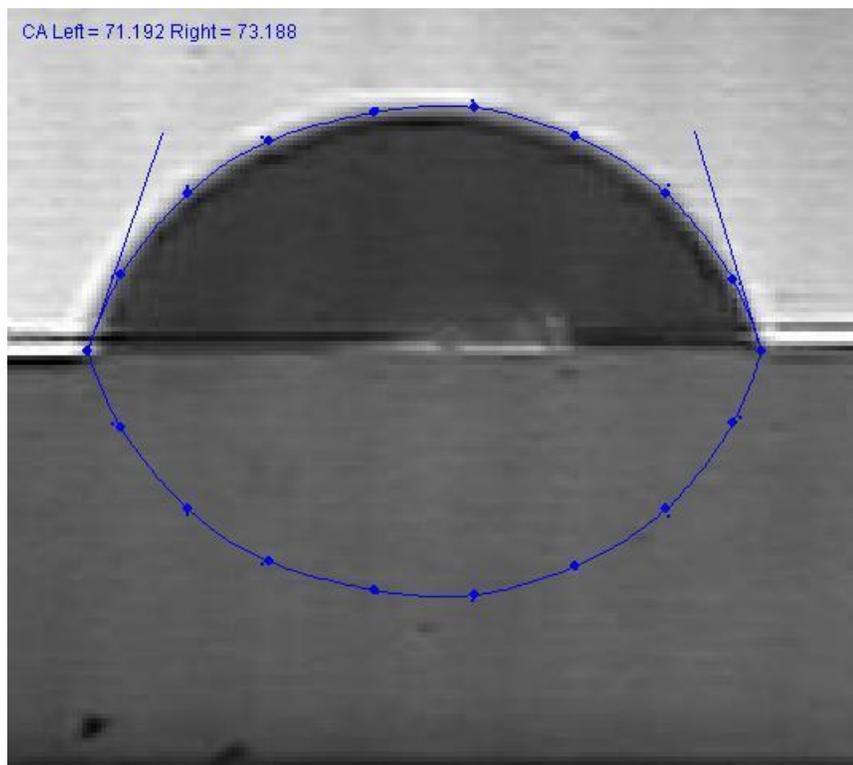
Figura 76.



**Figura 85. Muestra comercial de cerámica NexxZr T® (Sagemax WA USA) Sinterizada según las especificaciones del fabricante. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 6.000 segundos.**



**Figura 86. Muestra comercial de cerámica NexxZr T® (Sagemax WA USA) Sinterizada según las especificaciones del fabricante. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 9.000 segundos.**



**Figura 87. Muestra comercial de cerámica NexxZr T® (Sagemax WA USA) Sinterizada según las especificaciones del fabricante. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 12.000 segundos.**

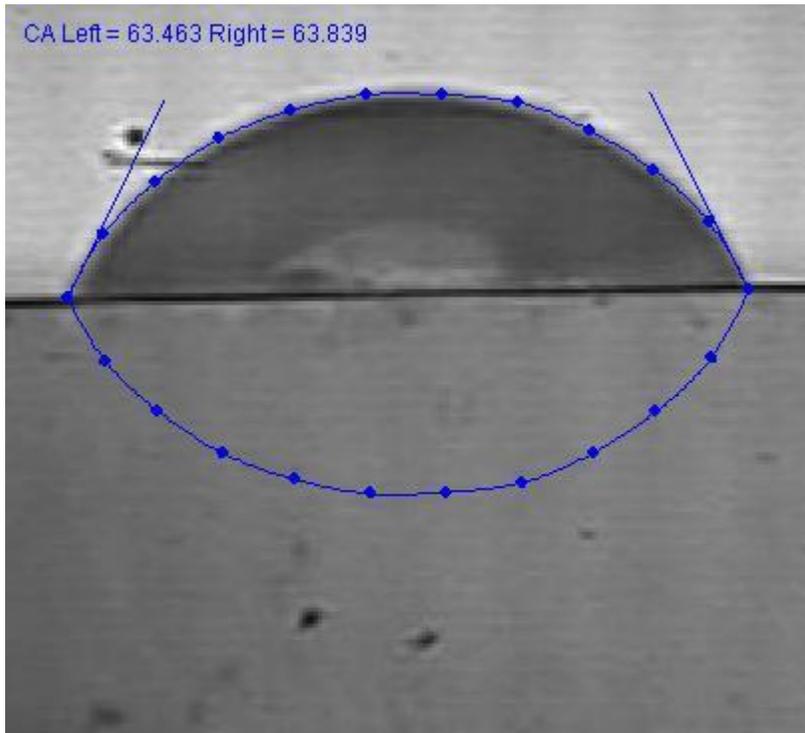
#### **10.6.4. inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany)**

##### **10.6.4.1. Muestra No Sinterizada**

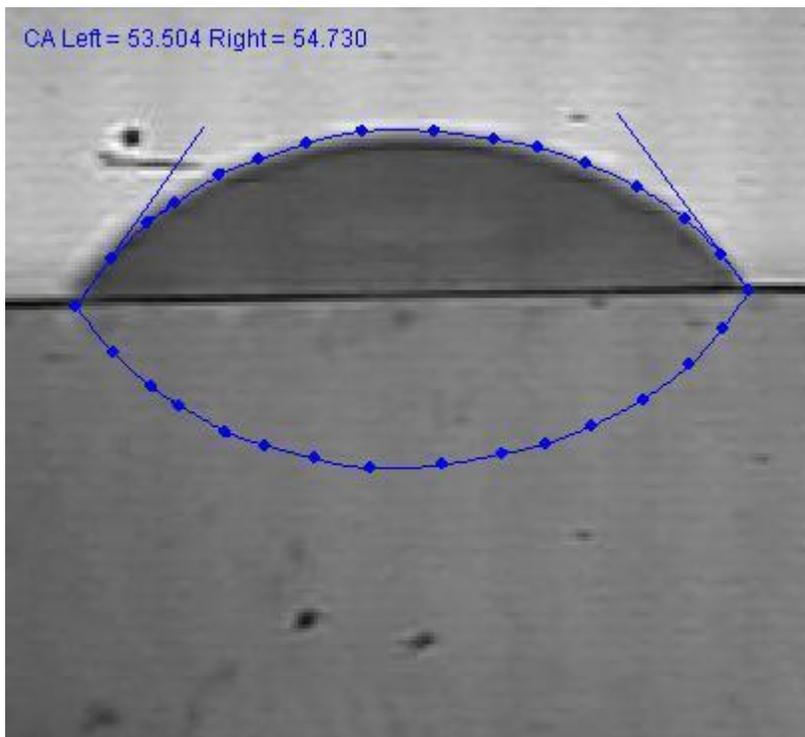
Al no recibir tratamiento térmico, la muestra cerámica presentó una reducción rápida del Ángulo de Contacto. La gota de agua fue absorbida por la muestra en un tiempo aproximado de 4.5 segundos. Lo que nos reveló que el cerámico comercial absorbía el agua, pero no tan rápidamente como los demás cerámicos. La variación del Ángulo de Contacto y el tiempo requerido se pueden apreciar en la Tabla 19 y Figuras 88 a 92.

Muestra	Tiempo (s)	CA Left (°)	CA Right (°)
InCoris NS 01_002 0070	0,000	63,463	63,839
InCoris NS 01_002 0074	1,000	53,504	54,730
InCoris NS 01_002 0078	2,000	42,338	41,688
InCoris NS 01_002 0082	3,000	20,691	20,951
InCoris NS 01_002 0086	4,000	6,705	6,649

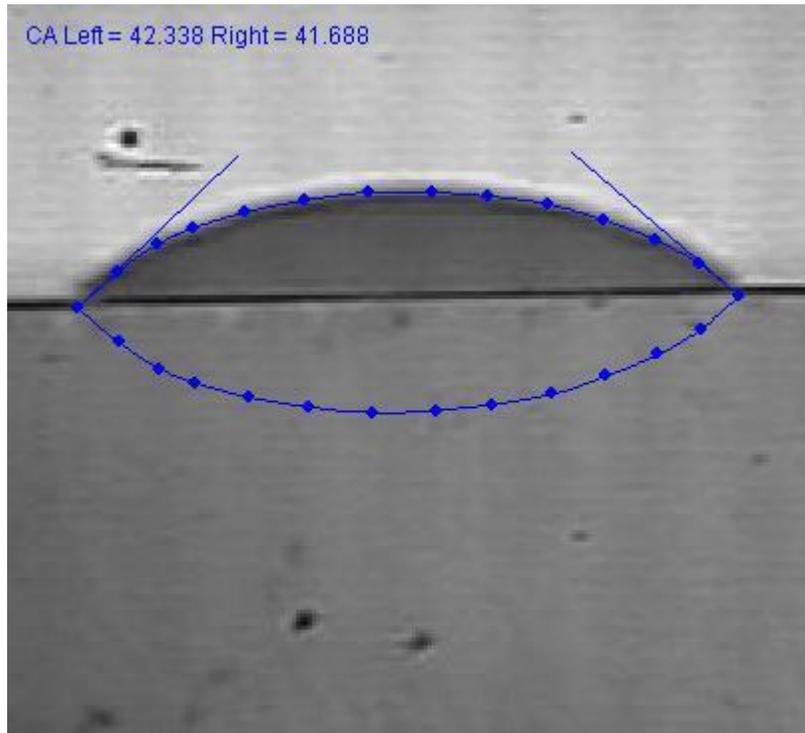
**Tabla 19. Ángulo de contacto de gota de agua tri-destilada colocada en la superficie interna de una muestra de inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany) Sin Sinterizar.**



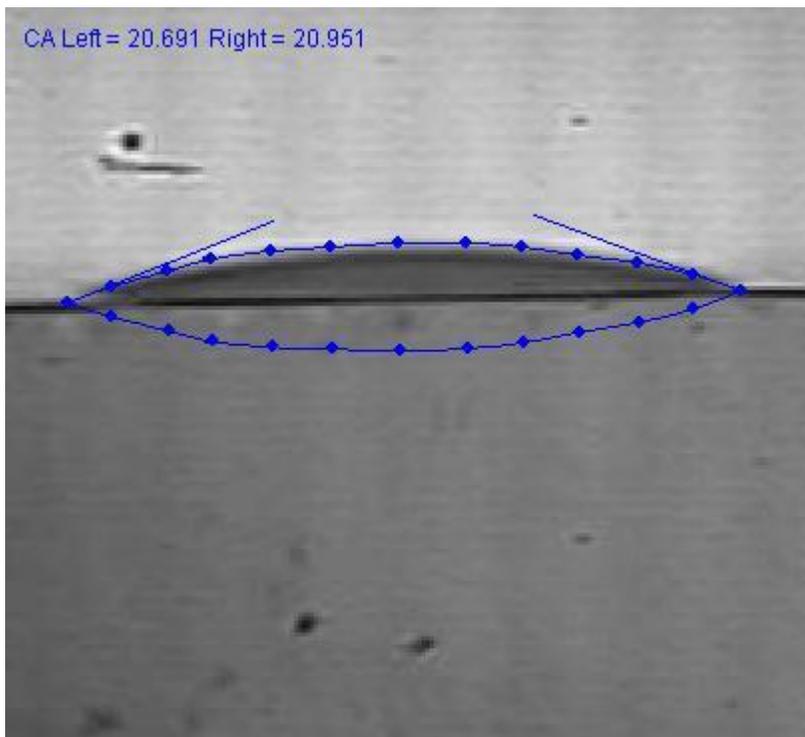
**Figura 88. Muestra comercial de cerámica inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 0.000 segundos.**



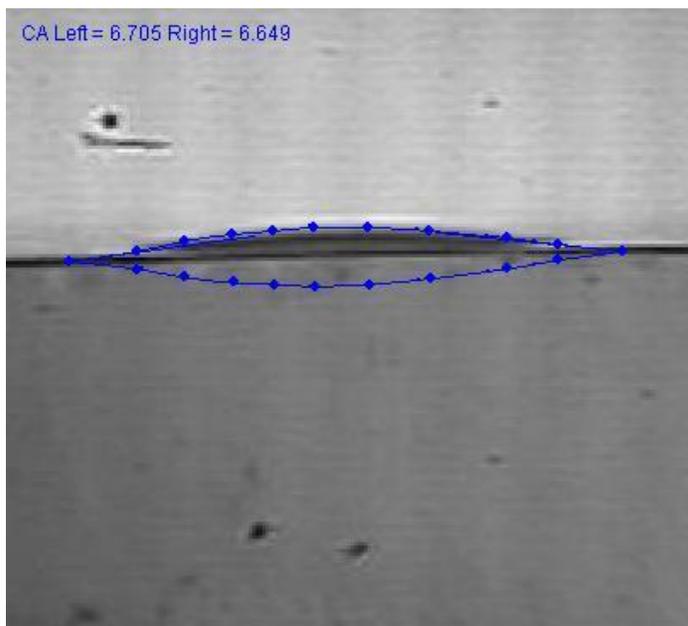
**Figura 89. Muestra comercial de cerámica inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 1.000 segundos.**



**Figura 90. Muestra comercial de cerámica inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 2.000 segundos.**



**Figura 91. Muestra comercial de cerámica inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 3.000 segundos.**



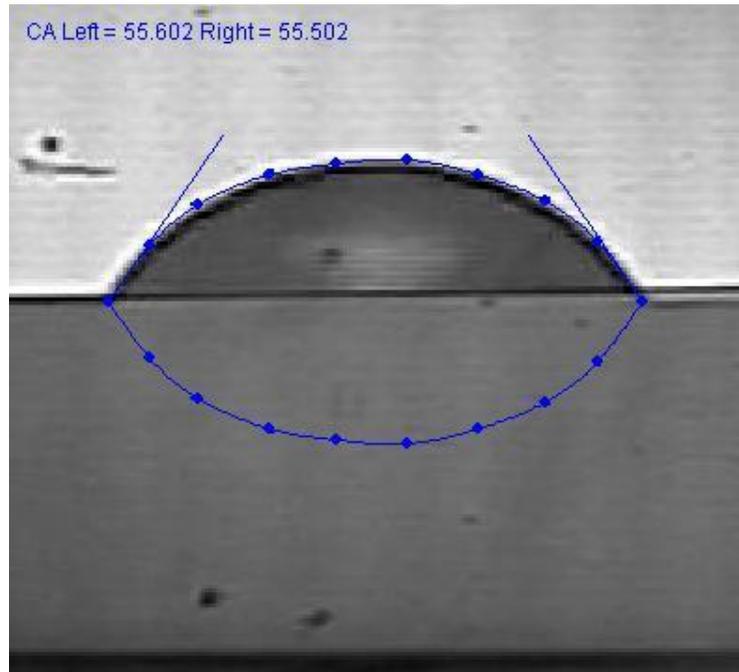
**Figura 92. Muestra comercial de cerámica inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany) No Sinterizada y sin tratamiento previo. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 4.000 segundos.**

#### 10.6.4.2. Muestra Sinterizada

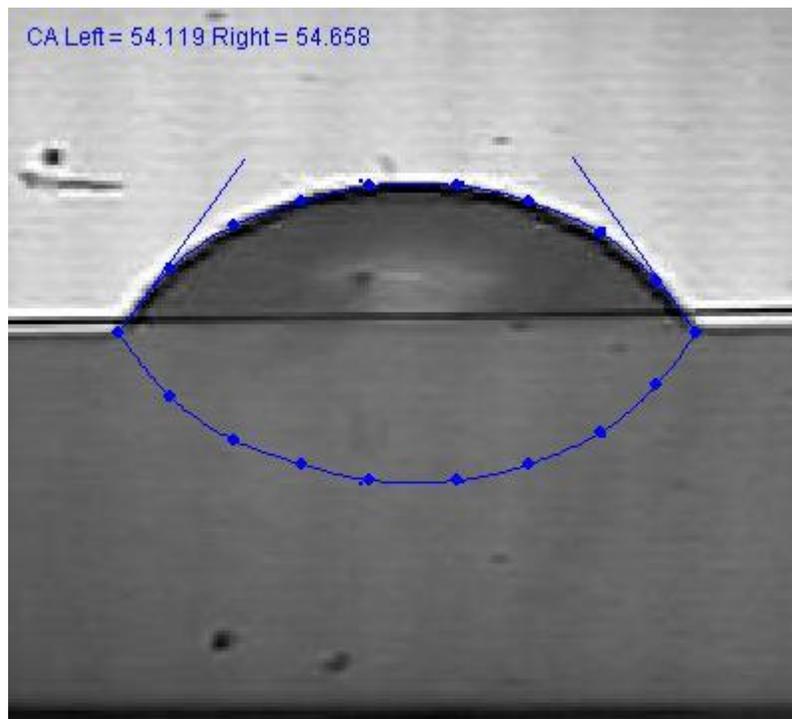
El cerámico comercial inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany), fue procesado bajo las especificaciones sugeridas por el fabricante, en la Tabla 20 y Figuras 93 a 97 se puede observar que el Ángulo de Contacto (CA) en función del tiempo, se mantuvo constante, durante todo el intervalo de exposición. Por lo que pudimos deducir que las moléculas presentaron un reordenamiento al ser procesadas, logrando un cambio conformacional en la estructura del cerámico. Se obtuvo una desviación estándar promedio de  $\pm 0.63^\circ$  y Varianza de  $0.40^\circ$  para el lado izquierdo de la gota (CA Left), mientras que para el lado derecho (CA Right) es de  $\pm 0.78^\circ$  y Varianza de  $0.61^\circ$ , de 0 a 60 segundos, durante todo el tiempo de análisis.

Muestra	Tiempo (s)	CA Left (°)	CA Right (°)
InCoris S 01 0046	0,000	55,602	55,502
InCoris S 01 0058	3,000	54,119	54,658
InCoris S 01 0070	6,000	55,402	55,044
InCoris S 01 0082	9,000	55,781	55,755
InCoris S 01 0094	12,000	55,334	55,774

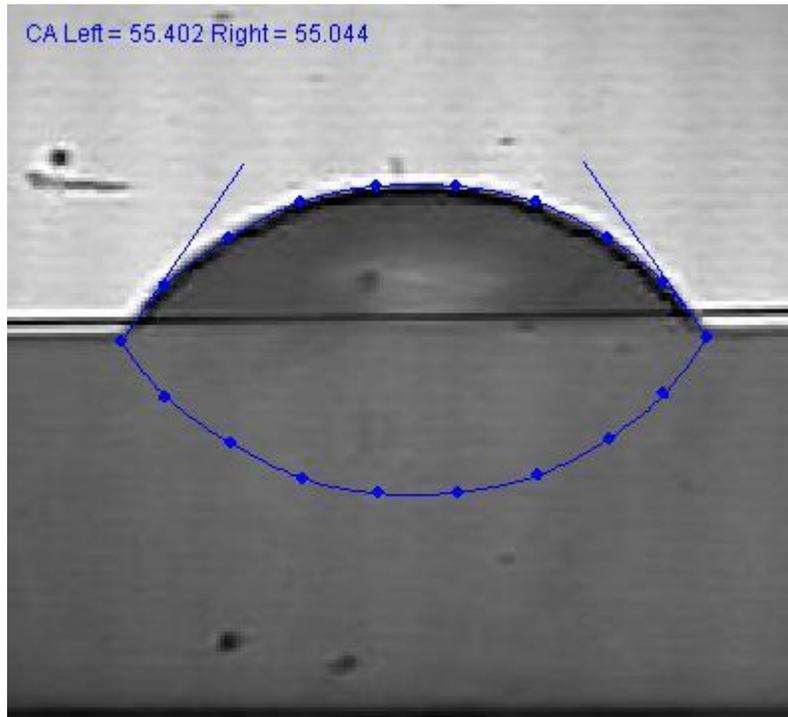
**Tabla 20. Ángulo de contacto de gota de agua tri-distilada colocada en la superficie interna de una muestra de inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany) Sin Sinterizar.**



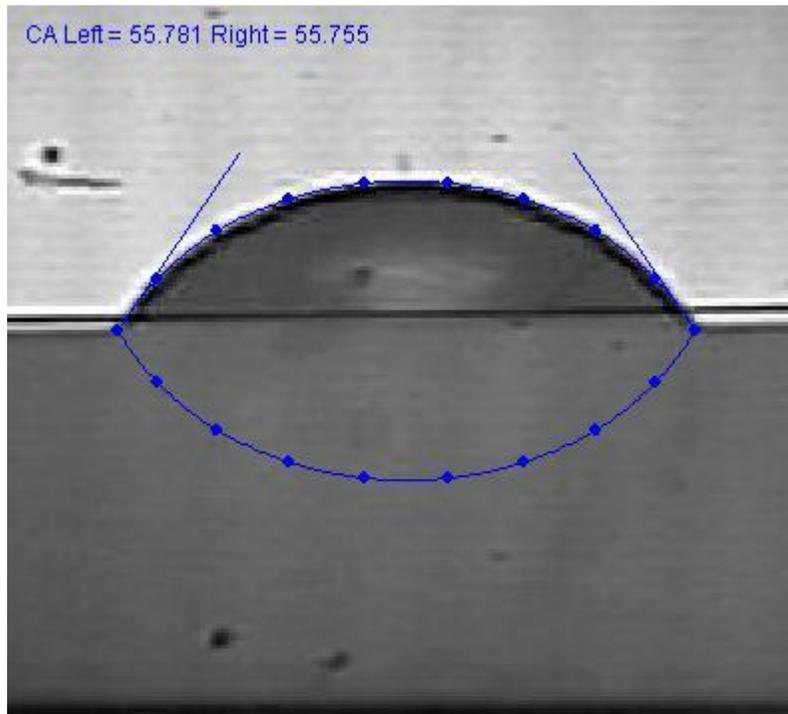
**Figura 93. Muestra comercial de cerámica inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany) Sinterizada según las especificaciones del fabricante. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 0.000 segundos.**



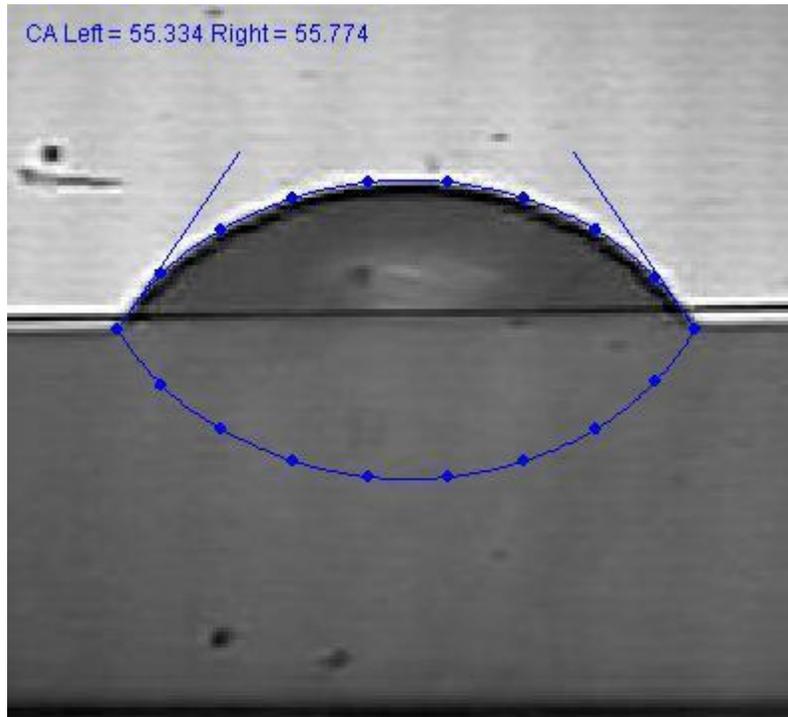
**Figura 94. Muestra comercial de cerámica inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany) Sinterizada según las especificaciones del fabricante. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 3.000 segundos.**



**Figura 95. Muestra comercial de cerámica inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany) Sinterizada según las especificaciones del fabricante. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 6.000 segundos.**



**Figura 96. Muestra comercial de cerámica inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany) Sinterizada según las especificaciones del fabricante. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 9.000 segundos.**



**Figura 97. Muestra comercial de cerámica inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany) Sinterizada según las especificaciones del fabricante. Con gota de H<sub>2</sub>O y tiempo de exposición de t = 12.000 segundos.**

## 11. Discusión

Cuatro materiales para la elaboración de restauraciones definitivas a base de óxido de Zirconio fueron evaluados con base a sus propiedades físico-mecánicas. Dicha evaluación fue realizada bajo un ambiente controlado con el fin de asemejar lo más posible las condiciones intraorales.

El material que presentó mayor contracción lineal y volumétrica después de la sinterización fue inCoris TZI® (Sirona Bensheim Germany) con un valor promedio de  $20.2920 \% \pm 1.6703$  lineal, y  $49.2673 \pm 3.2892$  volumétrica. Seguido por NexxZr T® (Sagemax WA USA) con un valor promedio de  $19.5836 \% \pm 1.0819$  de contracción lineal y  $47.9572 \pm 2.12309$  de contracción volumétrica. En tercer lugar, está Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) con un valor promedio de  $18.6256 \% \pm 1.5032$  de contracción lineal y  $46.0388 \pm 3.0229$  de contracción volumétrica. Por último, el material con el valor mínimo de contracción lineal y volumétrica fue Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy), con  $18.3411\% \pm 1.3529$  y  $45.4484 \pm 2.8179$  respectivamente.

Comparándolo con otro estudio, realizado por Ruiz, Readey y Colaboradores, donde la contracción lineal fue de  $20.1386 + 1.7$  utilizando el material DC Zirkon (DZ) (DCS Dental AG, Allschwil, Switzerland) se descubre que inCoris TZI (Sirona Bensheim Germany) se encuentra por encima del valor arrojado por DC Zirkon (DZ) (DCS Dental AG, Allschwil, Switzerland). Estando por debajo de este valor los materiales NexxZr T® (Sagemax WA USA), Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) y Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy).

El material que mayor resistencia a la flexión presentó fue NexxZr T® (Sagemax WA USA) con un valor de  $1190.49 \pm 300.94$  MPa, con una Deformación Máxima promedio de  $0.138 \pm 0.03$  mm, seguido por Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) con un valor de  $1136.10 \pm 247.67$  MPa, con una Deformación Máxima promedio de  $0.122 \pm 0.028$  mm. En tercer lugar, está Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) con  $846.69 \pm 179.1$  MPa, con una Deformación Máxima promedio de  $0.12 \pm 0.018$  mm, y por último inCoris

TZI® (Sirona Bensheim Germany), con  $1136.10 \pm 346.53$  MPa, con una Deformación Máxima promedio de  $0.122 \pm 0.028$  mm.

Comparándolo con otro estudio, realizado en 2004 por Massimiliano Guazzato y colaboradores, en el cual se obtuvo un valor de  $1470 \pm 165$  MPa de restauraciones monolíticas hechas con el material DC Zirkon (DZ) (DCS Dental AG, Allschwil, Switzerland); descubriendo que NexxZr T® (Sagemax WA USA) está por debajo de los valores de resistencia a la flexión de DC-Zirkon.<sup>3</sup>

En otro estudio realizado también por Massimiliano Guazzato y colaboradores del año 2003, el valor más alto fue de  $840 \pm 140$  MPa. Obtenido también de DC Zirkon (DZ) (DCS Dental AG, Allschwil, Switzerland)<sup>4</sup>, sin embargo, en esta prueba no superó los valores de resistencia a la flexión de NexxZr T® (Sagemax WA USA).

La diferencia entre los valores de resistencia a la flexión que presentaron los dos estudios de Massimiliano Guazzato fue gracias a que los ciclos de sinterización constaron de diferentes tiempos y temperaturas.

Hablando de las fases cristalográficas y análisis composicional y con los resultados que se obtuvieron al realizar la prueba de XRD (Difracción de Rayos X), el material que mayor porcentaje de fase tetragonal presentó en su estado No Sinterizado fue Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) con 6.317%, y el material que menor porcentaje arrojó fue Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) con 2.153%.

Una vez sinterizado, el material que mayor porcentaje de fase tetragonal obtuvo fue NexxZr T® (Sagemax WA USA) con 10.297% y el que menor porcentaje de fase cristalográfica dio fue nuevamente Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria), con tan solo 2.620% de fase tetragonal en su estructura.

Gracias a esto podemos afirmar que el porcentaje de fase tetragonal depende directamente del ciclo de sinterización, para lo cual no es necesario un horno específico siempre y cuando se sigan las indicaciones del fabricante y los tiempos y temperaturas señalados para cada material.

Después de realizar la prueba de espectroscopia RAMAN e identificación de las bandas de fases cristalográficas, se descubrió que el material con mayor porcentaje de fase tetragonal fue Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy), tanto en su estado sinterizado como no sinterizado.

Por otra parte, el material cerámico que menor porcentaje de fase tetragonal presentó en estado no sinterizado fue Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria), siendo NexxZr T® (Sagemax WA USA) el de menor porcentaje en estado sinterizado.

Gracias a esta prueba podemos percatarnos de la necesidad de someter los materiales cerámicos a un ciclo de sinterización exacto y obtener el mayor porcentaje de fase tetragonal de dicho material, pues es en la cual posee las mejores propiedades físico-mecánicas.

Respecto a la prueba de ángulo de contacto, las muestras que no habían recibido el tratamiento de sinterización absorbieron por completo la gota de agua bidestilada en un periodo menor de 5 segundos sin excepción.

El material no sinterizado que más hidrofílico se comportó fue NexxZr T® (Sagemax WA USA), formando un ángulo de  $45.770^{\circ}$  en el lado izquierdo y  $44.433^{\circ}$  en el lado derecho. El material que, por el contrario, se comportó más hidrofóbico fue Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy) formando un ángulo de  $71.929^{\circ}$  en el lado izquierdo y  $72.75^{\circ}$  en el lado derecho.

Por el contrario, las muestras que fueron sinterizadas no absorbieron la gota de agua bidestilada, permaneciendo sobre la muestra con un resultado estático después de los 12 segundos. El material que más hidrofóbico se comportó fue NexxZr T® (Sagemax WA USA) con un ángulo de  $85.538^{\circ}$  del lado derecho y  $85.784^{\circ}$  del lado izquierdo, ángulo medido a los 12 segundos de realizada la prueba.

Comparando con otro estudio, realizado en 2007 por Naoyoshi Tarumi y colaboradores\*28, en el cual se obtuvo un ángulo de contacto de  $90^{\circ}$  en la misma

prueba sobre muestras de Zirconio pulidas con gomas de silicón; percatándonos entonces de que el ángulo formado por nuestro material es menor ( $85.538^\circ$  y  $85.784^\circ$ ).

Aihui Liu y colaboradores <sup>29</sup> realizaron otra prueba evaluando el ángulo de contacto de óxido de Zirconio estabilizado con Calcio, en el cual se observó un ángulo de  $110^\circ$  después de 6 segundos de permanecer el fluido sobre el material. Esto nos hace notar entonces que el mayor ángulo formado por el material NexxZr T® (Sagemax WA USA), resultando ser menos hidrofóbico.

Es importante resaltar que entre más hidrofóbico se comporte el material menos interacción tendrá con la saliva a nivel bucal, por lo que la probabilidad de que el efecto de deterioro a baja temperatura se dé se reduciría considerablemente. Para que este fenómeno se produzca es necesaria la interacción del líquido con el Óxido de Zirconio durante tiempos relativamente prolongados, por lo que el ser hidrofóbico lo podemos considerar como una ventaja para evitar este suceso.

Sin embargo, cuando es necesario maquillar con pigmentos a base de agua las restauraciones esta condición de hidrofobicidad resulta ser una desventaja, pues el maquillaje aumentaría la probabilidad de causar el fenómeno de LTD (*Low Temperature Degradation*).

Para la prueba de Análisis Composicional por medio de Espectroscopia de fotoelectrones emitida por Rayos X (XPS) se estudiaron 4 muestras diferentes de Óxido de Zirconio no sinterizado y 4 después de sinterizarlas. En todas las muestras se encontraron 3 elementos (Oxígeno, Zirconio e Itrio).

En todas las muestras el elemento con mayor porcentaje fue el O, sin embargo, se demostró que después de recibir el tratamiento de sinterización este disminuye para dar paso a un aumento del porcentaje de Zr presente en las muestras.

De las muestras no sinterizadas, la marca que mayor porcentaje de Zr obtuvo fue Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy), seguido por inCoris TZI® (Sirona Bensheim Germany). En cuanto a Y, la marca que mayor porcentaje presentó fue Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria), seguido por NexxZr T® (Sagemax WA USA).

En cuanto a las muestras sinterizadas, la marca que mayor porcentaje de Zr obtuvo fue NexxZr T® (Sagemax WA USA), teniendo en segundo lugar a Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy). Sin embargo, la muestra que mayor porcentaje de Y arrojó fue Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria), seguida por la muestra de inCoris TZI® (Sirona Bensheim Germany).

## 12. Conclusiones

Con base a las pruebas realizadas y a los resultados que con ellas obtuvimos podemos afirmar que el material NexxZr T® (Sagemax WA USA) es una excelente alternativa para la realización de restauraciones a base de dióxido de Zirconio sinterizado en el horno Nabertherm P310 siguiendo las especificaciones del fabricante. Demostrando ser la mejor opción en cuanto a las pruebas físico-mecánicas de Resistencia a la Flexión, Módulo Elástico y Ángulo de Contacto.

Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) e inCoris TZI® (Sirona Bensheim Germany) fueron los materiales con los resultados más bajos en las pruebas físico-mecánicas de resistencia a la flexión y módulo elástico, esto debido a que los ciclos de sinterización no resultaron ser suficientes para alcanzar las propiedades físico-mecánicas máximas. Aunque se establecieron los tiempos recomendados por el fabricante se necesita de un horno específico de la casa comercial para explotar al máximo estos materiales cerámicos.

A pesar de esto, podemos considerarlos para la fabricación de restauraciones monolíticas de Óxido de Zirconio, ya que superan los valores mínimos requeridos por la norma ISO 6872.

Para la prueba de Espectroscopia de Difracción de Rayos X – XRD, NexxZr T® (Sagemax WA USA) resultó ser el material cerámico con el mayor porcentaje de fase tetragonal en su estado sinterizado, seguido por inCoris TZI® (Sirona Bensheim Germany). Cuando el material estaba en su estado no Sinterizado fue también NexxZr T® (Sagemax WA USA) el que mayor fase tetragonal presentó, teniendo en segundo lugar a inCoris TZI® (Sirona Bensheim Germany).

Comparando los 4 materiales cerámicos se llegó a la conclusión de que Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) fue el que menor porcentaje de fase tetragonal presentó en ambos estados térmicos. (Sinterizado y No Sinterizado). Este material cerámico necesita someterse de un ciclo de sinterización más prolongado y con mayor rango de temperatura para que así una mayor parte de sus moléculas se transformen de fase monoclinica a tetragonal.

Respecto a la prueba de Ángulo de Contacto, nuevamente NexxZr T® (Sagemax WA USA) fue el que mejores resultados arrojó, demostrando ser el material que más hidrofóbico se comportó, arrojando el mayor grado de angulación bilateral. En segundo lugar, estuvo Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria), superando por muy poco a Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy). Así mismo, y inCoris TZI® (Sirona Bensheim Germany) fue el que se comportó más hidrofílico en la prueba de ángulo de contacto.

Gracias a la prueba de Espectroscopia por Fotoelectrones emitidos por Rayos X (XPS) nos dimos cuenta de que el material que mayor porcentaje de Zr contenía después de ser sinterizado fue NexxZr T® (Sagemax WA USA). Sin embargo, el que mayor porcentaje de estabilizador contenía, en estos casos Itrio, fue Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria).

En el caso de las muestras no sinterizadas, la que mayor porcentaje de Zr arrojó fue Zirkon Transluzent® (Zirkonzahn Gais Italy), siendo Ceramill Zolid FX® (Amann Girrbach Kobach Austria) nuevamente el material que mayor porcentaje de estabilizador tuvo.

Gracias a este estudio podemos concluir que para que el material adquiera sus mayores propiedades tanto físicas y químicas es recomendable utilizarse los sistemas CAD-CAM y horno de sinterización específico de la casa comercial. Sin embargo, resulta ser una excelente opción trabajar con materiales diferentes utilizando el sistema de CAD-CAM y someterlos a ciclos de sinterización en un horno universal como el utilizado en el Laboratorio de Prótesis Avanzada de la ENES León.

### 13. Referencias

1. Villarubi A, Pebé Pablo, Rodríguez A. Prótesis fija convencional libre de metal: tecnología CAD CAM – Zirconia, descripción de un caso clínico. *Odontoestomatología* / Vol. XIII. Nº 18 / Noviembre 2011
2. Spiridon K, Petros K, Joerg S. Zirconia in Dentistry: Part 1. Discovering the Nature of an Upcoming Bioceramic. *European Journal of Esthetic Dentistry: Official Journal of The European Academy of Esthetic Dentistry*, The · February 2009.
3. Guazzato M, Proobs K, Quach L, Vincent Swain M. Strength, reliability and mode of fracture of bilayered porcelain/Zirconia (Y-TZP) dental ceramics. *Biomaterials* 25 (2004) 5045–50525046.
4. Guazzato M, Albakry M, Ringer P, Swain M. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics.
5. Lozano M. Resistencia al cizallamiento de tres sistemas totalmente cerámicos: estudio comparativo. Universidad Complutense de Madrid. 2012.
6. Koutayas S, Koidis P, Strub J. Zirconia in Dentistry: Part 1. Discovering the Nature of an Upcoming Bioceramic.
7. Koutayas S, Koidis P, Strub J, Vagkopoulou T, Pelekanos S. Zirconia in Dentistry: Part 2. Evidenced-based Clinical Breakthrough. *The European Journal of esthetic dentistry*. Volume 4, Num 4. 2009
8. Montagna, F. Barbesi, M. (2013). *Cerámicas, Zirconio y CAD/CAM*. (1º. Edición). Italia, Editorial AMOLCA.
9. Francischore, C. Vasconcelos C. 2003. *Metal-Free Esthetic Restorations*. (2º Edición) Illinois, EU. Editorial Quintessence.
10. Carvajal, J. *Prótesis Fija. Preparaciones biológicas, impresiones y restauraciones provisionales*. (1º Edición) Editorial Mediterráneo.
11. Rodríguez, A. Campos, M. Estudio del ángulo de contacto y de la mojabilidad a alta temperatura en la sinterización de metales. Octubre 2010. Leganes, España.
12. González, C. Contreras, G. *Mojabilidad: medición del ángulo de contacto por método de la gota cautiva*. 2014. México, D.F.
13. Abdallah, Wael. Buckley, Jill. *Fundamentals of Wettability*. 2007. Missouri, EU.
14. Macchi, R. *Materiales Dentales*. Editorial Panamericana. 3º Edición. 2007.
15. Henostroza, G. *Adhesión en Odontología Restauradora*. Asociación Latinoamericana de operatoria dental y biomateriales. Editorial MAIO. 1º Edición. 2003. Curitiba, Paraná, Brasil.
16. Craig, R. Powers, J. *Restorative Dental Materials*. Editorial Mosby, 11º Edición. 2002. St. Louis, Missouri, EUA.
17. Lanata, E. Y Cols. *Atlas de Operatoria Dental*. Editorial Alfaomega. 1º Edición. 2008. Buenos Aires, Argentina.
18. Schmidseeder, J. *Atlas de Odontología Estética*. Editorial Masson. 1º Edición, 1999. Barcelona, España.
19. Dell'Acquia, A. Espinosa, R. Fernandez-Bordereau, E. Henao, D. Kohen, S. Mondelli, J. Navarro, M. Porto, C. Rodríguez, E. Tumenas, I. Urzúa, I. Vargas, M.

- Velez, C. *Estética en Odontología Restauradora*. Editorial Medica Ripano. 1º Edición, 2006. Madrid, España.
20. Ahmad, I. *Protocols for Predictable Aesthetic Dental Restorations*. Editorial Blackwell Munksgaard. 1º Edición, 2006. Iowa, EUA.
  21. ASTM Standards Designation: D 5725 – 99, Standard test method for surface wettability and absorbency of sheeted material using an automated contact angle tester, 1 – 7, (Reapproved 2003).
  22. ASTM Designation: C 813 – 90, Standard test method for Hydrophobic contamination on glass by contact angle measurement, 1 – 3, (Reapproved 1999).
  23. ASTM Designation: D 2578 – 04, Standard test method for Wetting tension of polyethylene and polypropylene films, 1 – 4, 2004.
  24. ASTM Standard Designation: D 5946 – 99, Standard test method for corona – treated polymer films using water contact angle measurements, 1 – 6, 2000.
  25. <https://www.phi.com/surface-analysis-equipment/versaprobe.html>
  26. Arata, A. Campos, T. Machado, J. Lazar, D. Ussui, D. Lima, N. Tango, R. Quantitative phase analysis from X-Ray diffraction in Y-TZP dental ceramics: a critical evaluation. *Journal of Dentistry* 42 (2014). Sau Paulo, Brazil.
  27. Gauna, M. Conconi, M, Gómez, S. Suárez, G. Aglietti, E. Rendtorff, N. Monoclinic-Tetragonal Zirconia Quantification of commercial nanopowder mixtures by XRD and DTA. *Ceramics – Silikáty* 59 (4) 318-325 (2015). Buenos Aires, Argentina.
  28. Tarumi, N. Uo, M. Yamaga, E. Watari, F. SEM observation and wettability of variously processed and fractured surface of dental Zirconia. *Applied Surface Science* 262 (2012). Tokyo, Japan.
  29. Liu, A. Li, B. Yan, D. Guo, J. Wettability of Ti6Al4V on calcia-stabilized Zirconia. *Materials Letters* 73 (2012), China.
  30. Espitia-Cabrera, I., Orozco-Hernández, H., Bartolo-Pérez, P., & Contreras-García, M. (2008). Nanostructure characterization in single and multi-layer yttria stabilized zirconia films using XPS, SEM, EDS and AFM. *Surface & Coatings Technology*, 203(3/4), 211-216. doi:10.1016/j.surfcoat.2008.08.051
  31. Muñoz, J. Anglada, M. Quantitative Analysis of Monoclinic Phase in 3Y - TZP by Raman Spectroscopy. The American Ceramic Society. Barcelona, Cataluña. 2010.
  32. Ruiz, L. Ready, M. Effect of Heat Treatment on Grain Size, Phase Assemblage, and Mechanical Properties of 3 mol% Y-TZP. *Journal of the American Ceramic Society*. Alabama, USA. 1996.

