

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID

FACULTAD DE ODONTOLOGÍA

**Departamento de Estomatología I
(Prótesis Bucofacial)**



**ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL DE LA UNIÓN
CERAMOCERÁMICA EN PRÓTESIS FIJA**

**MEMORIA PARA OPTAR AL GRADO DE DOCTOR
PRESENTADA POR**

Ana María García Naranjo

Bajo la dirección de los doctores

Guillermo J. Pradíes Ramiro
Francisco Martínez Rus

Madrid, 2013

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID

FACULTAD DE ODONTOLOGÍA

Departamento de Prótesis Bucofacial



TESIS DOCTORAL

**ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL DE LA UNIÓN
CERAMOCERÁMICA EN PRÓTESIS FIJA**

MEMORIA PARA OPTAR AL GRADO DE DOCTOR
PRESENTADA POR

Ana María García Naranjo

Bajo la dirección de los Doctores:

Guillermo Jesús Pradíes Ramiro

Francisco Martínez Rus

Madrid, 2012



UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID

FACULTAD DE ODONTOLOGÍA

DEPARTAMENTO DE PRÓTESIS BUCOFACIAL

**ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL DE LA
UNIÓN CERAMOCERÁMICA EN
PRÓTESIS FIJA**

TESIS DOCTORAL

ANA MARÍA GARCÍA NARANJO

2012

ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL DE LA UNIÓN CERAMOCERÁMICA EN PRÓTESIS FIJA

Memoria de investigación que presenta:

Ana María García Naranjo

Para optar al Grado de Doctor en Odontología por la Universidad
Complutense de Madrid

Directores:

Dr. D. Guillermo Pradés Ramiro

Profesor Titular

Dr. D. Francisco Martínez Rus

Profesor Asociado

Departamento de Prótesis Bucofacial
Facultad de Odontología
Universidad Complutense de Madrid

Madrid, 2012

AGRADECIMIENTOS:

Al Dr. Guillermo Pradíes, por la confianza depositada en mí desde el primer momento en el que decidí realizar la Tesis Doctoral, así como su esfuerzo y ayuda permanente. Sin sus palabras de ánimo en los peores momentos y su ímpetu para que todo siguiera adelante, esta tesis jamás hubiese visto la luz.

Al Dr. Francisco Martínez Rus, por sus valiosos consejos, correcciones y por poner al servicio de esta tesis todos sus conocimientos. Sin su ayuda y su rigor en la elaboración del trabajo y exposición de los datos, esta investigación no habría sido lo que es.

Al Dr. Antonio de Aza, por su ayuda en la realización de la fase experimental, así como en la interpretación de los datos. Sin él no hubiese podido comprender y estudiar las diversas técnicas de este estudio y no se le hubiese sacado la máxima información a las pruebas realizadas.

A todos los miembros del Instituto de Cerámica y vidrio del CSIC que han colaborado en la realización de las pruebas experimentales, por enseñarme el funcionamiento de las diversas máquinas empleadas en este estudio y permitirme su manejo.

A todos los compañeros del grupo de investigación del Dr. Pradíes, por trabajar en equipo desde hace años. Estoy segura de que el trabajo en grupo es la clave del éxito y que con el esfuerzo de todos, conseguiremos alcanzar las metas de cada uno.

A todas las personas que trabajan conmigo a diario y que mantienen despierta mi ilusión por la odontología.

**A toda mi familia y en especial, a mis padres,
por su ayuda, esfuerzo y apoyo incondicional.**

**A mis sobrinas, Fátima y Cristina,
por darme todo su cariño día a día.**

ÍNDICE

1 INTRODUCCIÓN	15
1.1. Restauraciones totalmente cerámicas:	17
1.1.1. Concepto, historia y clasificación.....	17
1.2. Restauraciones metal-cerámica:	31
1.2.1. Concepto y clasificación de las aleaciones metálicas.....	31
1.3. Interfase sustrato-revestimiento:.....	33
1.3.1. Conceptos físicos de la interfase:.....	33
1.3.1.1. Unión ceramocerámica.....	33
1.3.1.2. Unión ceramometálica.....	39
1.3.2. Análisis de la interfase sustrato-revestimiento:.....	41
1.3.2.1. Microscopía de Calefacción. :.....	41
1.3.2.2. Indentaciones. Resistencia mecánica de la interfase.....	50
2 JUSTIFICACIÓN	57
2.1. Antecedentes. :.....	59
2.2. Objetivos.....	61
2.3. Hipótesis de trabajo.....	62
3 MATERIAL Y MÉTODO	63
3. 1. Introducción.....	65
3.2. Revisión bibliográfica.....	65
3.3. Investigación experimental:.....	67
3.3.1. Grupos de estudio: :.....	67

3.3.1.1. Sustratos cerámicos:.....	69
3.3.1.1.1. IPS e.max® Press.....	69
3.3.1.1.2. IPS e.max® CAD.....	70
3.3.1.1.3. IPS e.max® ZirCAD.....	71
3.3.1.1.4. Lava®.....	73
3.3.1.2. Revestimientos vítreos:.....	75
3.3.1.2.1. IPS e.max® Ceram.....	75
3.3.1.2.2. IPS e.max® ZirPress.....	77
3.3.1.2.3. Lava® Ceram.....	79
3.3.1.3. Grupos control:.....	80
3.3.1.3.1. Tilit®.....	80
3.3.1.3.2. Cerapall®.....	82
3.3.1.3.3. Revestimiento vítreo IPS d.SIGN®.....	84
3.3.2. Difracción de Rayos X.....	84
3.3.3. Microscopía de calefacción.....	87
3.3.4. Ensayos de indentaciones estáticas.....	93
3.3.5. Microscopía Óptica de Luz Reflejada.....	97
3.3.6. Microscopía Electrónica de Barrido.....	98

4 RESULTADOS.....101

4.1 Caracterización de los materiales por técnica de Difracción de Rayos X (DRX)	103
4.1.1. Sustratos cerámicos:.....	103
4.1.1.1. IPS e.max® Press.....	103

4.1.1.2. IPS e.max [®] CAD.....	104
4.1.1.3. IPS e.max [®] ZirCAD.....	105
4.1.1.4. Lava [®]	107
4.1.2. Revestimientos vítreos:.....	108
4.1.2.1. IPS e.max [®] Ceram.....	108
4.1.2.2. IPS e.max [®] ZirPress.....	108
4.1.2.3. Lava [®] Ceram.....	109
4.1.3. Grupos control:.....	110
4.1.3.1. Tilite [®]	110
4.1.3.2. Cerapall [®]	111
4.1.3.3. Revestimiento vítreo IPS d.SIGN [®]	112
4.1.4. Capas intermedias:	113
4.1.4.1. ZirLiner.....	113
4.1.4.2. Opáquer IPS Classic [®]	114
4.2 Análisis de la mojabilidad del recubrimiento mediante Microscopía de Calefacción.....	115
4.2.1. IPS e.max [®] Press /IPS e.max [®] Ceram.....	115
4.2.2. IPS e.max [®] CAD / IPS e.max [®] Ceram.....	123
4.2.3. IPS e.max [®] ZirCAD + ZirLiner / IPS e.max [®] Ceram vs. IPS e.max [®] ZirCAD / IPS e.max [®] Ceram.....	130
4.2.4. IPS e.max [®] ZirCAD / IPS e.max [®] ZirPress.....	142
4.2.5. Lava [®] / Lava [®] Ceram.....	142
4.2.4. Cerapall [®] / IPS d.SIGN [®]	149
4.2.7. Tilite [®] / IPS d.SIGN [®]	152

4.3 Análisis de la interfase mediante Indentaciones.....	156
4.3.1. IPS e.max [®] Press / IPS e.max [®] Ceram.....	157
4.3.2. IPS e.max [®] CAD / IPS e.max [®] Ceram.....	160
4.3.3. IPS e.max [®] ZirCAD + ZirLiner / IPS e.max [®] Ceram vs. IPS e.max [®] ZirCAD / IPS e.max [®] Ceram.....	164
4.3.4. IPS e.max [®] ZirCAD / IPS e.max [®] ZirPress.....	171
4.3.5. Lava [®] / Lava [®] Ceram.....	174
4.3.6. Cerapall [®] / IPS d.SIGN [®]	177
4.3.7. Tilit [®] / IPS d.SIGN [®]	180

5 DISCUSIÓN.....185

5.1 Introducción.....	187
5.1.1 Restauraciones totalmente cerámicas en Prótesis Fija.....	187
5.1.2 Fracazos de las restauraciones cerámicas.....	189
5.1.3 Interfase núcleo-recubrimiento céramo-metálico vs. céramo-cerámico...190	
5.2 Composición y microestructura.....	195
5.3 Mojabilidad, reactividad y unión.....	199
5.4 Estabilidad de la interfase recubrimiento-sustrato.....	203
5.5 Análisis de la compatibilidad recubrimiento-sustrato.....	207
5.6 Causas de fracasos de las restauraciones cerámicas.....	210
5.7 Futuras investigaciones.....	221

6 CONCLUSIONES.....223

7 BIBLIOGRAFIA.....227



I

Introducción

1. 1. Restauraciones totalmente cerámicas.

1.1.1. Concepto, historia y clasificación.

En el **concepto** más amplio, se consideran materiales cerámicos aquellos productos de naturaleza inorgánica, formados mayoritariamente por elementos no metálicos, que se obtienen por la acción del calor. De hecho, la palabra cerámica procede etimológicamente del vocablo griego, de origen sánscrito, *Keramos*, que significa “tierra quemada”. Esta definición incluye las genuinas cerámicas, los vidrios, los yesos y los cementos no poliméricos¹⁻⁵.

En la actualidad, disponemos de un amplio espectro de cerámicas con propiedades y aplicaciones muy diferentes, dependiendo de su composición química y proceso de síntesis. Las cerámicas utilizadas en la reparación y reconstrucción de partes del cuerpo dañadas o enfermas, se denominan “biocerámicas”. La norma ISO/TR 10993-9 (1994), define una *biocerámica* como un “material cerámico diseñado para lograr un comportamiento fisiológico específico al ser usado en la construcción de prótesis u órganos artificiales internos”. Estos materiales comenzaron a emplearse de forma reglada en Odontología y, posteriormente, se extendieron a la Traumatología^{1,2}.

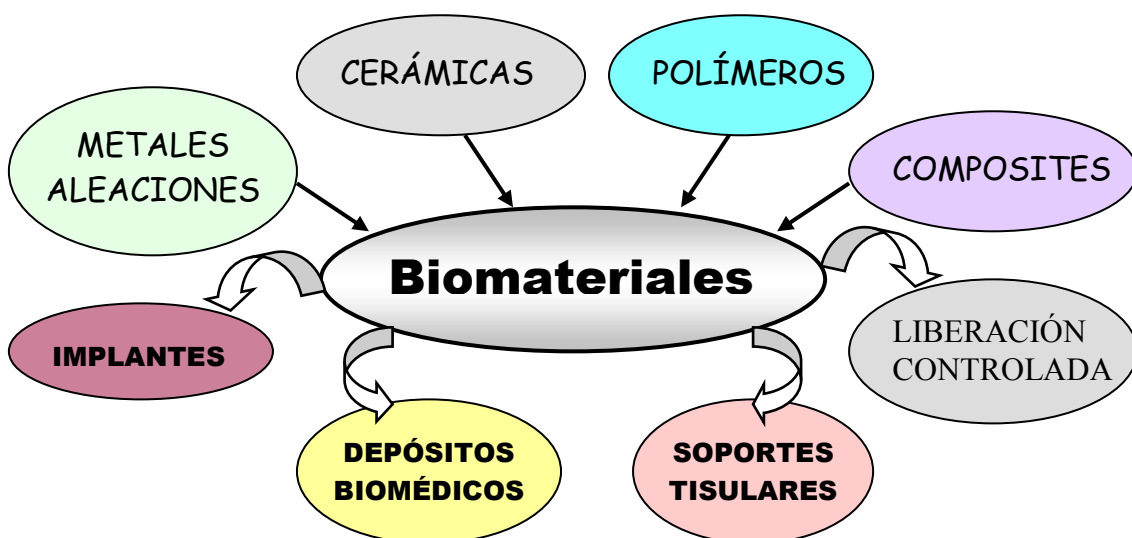


Figura 1.1. Componentes de biomateriales y aplicaciones más frecuentes en el área biomédica².



Nosotros nos vamos a centrar en la pequeña parcela que constituyen las cerámicas o porcelanas dentales, dentro del complejo mundo de las biocerámicas. En el lenguaje odontológico se manejan indistintamente los términos *porcelana* y *cerámica*. Conviene aclarar que, a pesar de que se utilicen como sinónimos, en la más pura teoría, son conceptos diferentes. Como hemos dicho anteriormente, una *cerámica*, es un material de origen mineral que se procesa por calor. En cambio, las *porcelanas* son las cerámicas de mejor calidad, obtenidas de materias primas debidamente seleccionadas que, una vez cocidas, presentan menor porosidad, mejores propiedades mecánicas y un excelente acabado superficial. Últimamente se ha extendido más el término de cerámica dental porque técnicamente es más exacto^{1, 6-9}.

A continuación haremos un breve repaso de los **acontecimientos históricos** más importantes en el desarrollo de las cerámicas.

Las cerámicas fueron los primeros materiales creados artificialmente por el hombre, como demuestran ciertas piezas encontradas en yacimientos arqueológicos (23000 a.C.) en la zona de la Bohemia actual. Pero no fue hasta 1717 cuando se conocieron en Europa los secretos de su confección en un claro ejemplo de espionaje industrial realizado por los misioneros jesuitas^{1, 6, 10}.

La idea de utilizar la porcelana como material de prótesis dental surgió hacia 1770. Hasta esa fecha las prótesis dentales se elaboraron con materiales muy variopintos (hueso, marfil, madera, dientes de cadáveres, etc.) que sufrían en el medio oral un gran desgaste y deterioro. El farmacéutico francés Alexis Duchateâu (1714-1792), que estaba insatisfecho con su dentadura de marfil, observó que los recipientes de porcelana donde mezclaba y trituraba las sustancias químicas no sufrían cambios de color ni de textura. Este hallazgo le impulsó a desarrollar la primera prótesis completa de porcelana. Pero los intentos de Duchateâu de probar su invento en otros pacientes fracasaron por su escasa formación^{1, 6, 11-13}.

Por este motivo, se asoció con el dentista parisino Nicholas Dubois de Chémant (1753-1824) que mejoró significativamente el método de fabricación. Al poco tiempo



patentó con su nombre las recetas de Duchateâu, lo que generó grandes disputas sobre el “privilegio real”. El monopolio de la producción de Chémant condujo no sólo a la comercialización sino también al perfeccionamiento de la técnica. Así, en el año 1778 presentó una dentadura con líneas de separación marcadas para simular dientes individuales. Hasta el año 1808 no se publicaron los detalles de la confección de la prótesis de porcelana, celosamente guardados por de Chémant, al sucederle en la producción el dentista Dubois-Foucou (1748-1830). El funcionamiento para la fabricación de dientes unitarios aparece de mano del dentista italiano, que ejercía en París, Giuseppangelo Fonzi (1767-1840). Hasta ese momento, la prótesis completa, base y dientes, se cocía en una sola pieza. Fonzi publicó en 1808 un método para elaborar dientes artificiales, en los que incluía un gancho de platino para sujetarlos a la base (dents terre-métalliques)^{1, 6}.

Estas cerámicas dentales de finales del siglo XVIII adoptaron sin cambios la composición de las porcelanas chinas (feldespato, cuarzo y caolín). El principal problema de estas prótesis era que resaltaban mucho respecto a los dientes naturales, debido a su elevada opacidad. Pronto se averiguó que la causa era el caolín, que se transformaba durante el proceso de quemado en mullita, generando un intenso color blanco estéticamente inaceptable. Por esta razón, a principios del siglo XIX, se aumentó la parte proporcional del feldespato a costa del caolín y se añadieron fundentes, para mejorar la translucidez y rebajar la temperatura de cocción, surgiendo así las porcelanas feldespáticas. Las primeras fábricas de cerámicas dentales se fundaron en Estados Unidos. Europa y, especialmente Francia, se quedó atrás en la producción industrial de cerámica dental. La primera fábrica europea fue fundada por el dentista Friedrich August Wienand (1850-1908) en Pforzheim (Alemania). Esta fábrica aún existe y pertenece al grupo Dentsply^{1, 6, 14}.

Las técnicas de restauración de dientes unitarios mediante coronas cerámicas se desarrollaron a finales del siglo XIX. En el año 1880, el americano Cassius Richmond (1835-1902) patentó una corona que consistía en una estructura metálica con un perno de oro, en la que se sujetaba una faceta de porcelana. Las coronas de Logan eran similares a las de Richmond pero éstas eran completamente de porcelana con un perno



de platino e iridio. Charles Land (1847-1919) había presentado en 1886 un procedimiento para elaborar incrustaciones de porcelana sobre una hoja de platino. Pero la utilización de dicho principio para la confección de coronas de recubrimiento total no fue publicada hasta 1903. La corona de Land fue la primera fija con ciertas aspiraciones estéticas. No obstante, estas restauraciones presentaban muchos problemas, ya que se fracturaban con facilidad, sufrían grandes cambios volumétricos durante la cocción y requerían una preparación de pilares difícil y agresiva^{1, 15, 16}.

Pero el avance más importante del siglo XX, en el campo de la cerámica dental, fue el descubrimiento de las porcelanas para unión con metal. Desde hacía tiempo se sabía que si una estructura muy rígida descansaba sobre un material elástico, todo el conjunto soportaba mejor las cargas. Como resultado de diferentes estudios, surgió la idea de fundir porcelana (material rígido) sobre metal (material con cierta elasticidad), originándose así las técnicas ceramometálicas. Fue necesaria una profusa investigación para superar una serie de problemas técnicos (algunos de los cuales siguen siendo estudiados hoy en día y se analizarán detenidamente a lo largo de esta tesis)^{11, 17, 18}:

- Aproximar los diferentes coeficientes de expansión térmica de cerámicas y aleaciones.
- Crear cerámicas con un intervalo de fusión algo más bajo que el de las aleaciones sobre las que iban a ser depositadas.
- Desarrollar mecanismos de unión físico-químicos entre las cerámicas y el metal.

Finalmente, en 1956, Weinstein & cols. cocieron cerámicas sobre una aleación de oro, platino y paladio. Basándose en esta patente, las empresas alemanas Vita y Degussa desarrollaron en 1962 el sistema de coronas Degudent[®], al que siguió en 1965 el sistema Biodent-Herador[®] de las empresas Dentply y Heraeus Kulzer[®]. Estas técnicas progresaron espectacularmente, hasta convertirse en la base del modelo actual de prótesis fija. Hoy en día estas restauraciones son utilizadas mayoritariamente, tanto en sectores anteriores como en posteriores, ya que ofrecen unos resultados estéticos y funcionales óptimos^{19, 20}.

A pesar de ello, continuaron los intentos por obtener prótesis cerámicas sin metal, que combinaran resistencia y belleza²¹⁻²³. Un avance importante en este terreno



se produjo en 1965 cuando, McLean y Hugues, añadieron a las porcelanas de baja fusión cantidades importantes de óxido de aluminio (alúmina). El resultado fue restauraciones con un 40% más de tenacidad que las jacket feldespáticas. Sin embargo, la porcelana aluminosa planteaba inconvenientes, ya que tenía un aspecto opacificante, que obligaba a realizar un tallado muy agresivo para alcanzar una estética aceptable. En los setenta se desarrollaron nuevos sistemas para aumentar la resistencia a la fractura de las coronas completamente cerámicas, incorporando a estas restauraciones una mínima matriz metálica. El principal problema de estas técnicas era la dificultad para adaptar dicha matriz al troquel, lo que se traducía en una falta de ajuste marginal²⁴⁻²⁶.

En este sentido, las investigaciones continuaron en busca de prótesis de mayor estética, mayor resistencia a la fractura, mejor ajuste marginal y que requiriesen una menor eliminación de la estructura dentaria²⁷. De tal manera que en las últimas décadas ha habido una gran profusión de innovaciones que permiten en la actualidad aplicar estas técnicas, no sólo para restauraciones unitarias del sector anterior, como clásicamente se indicaban, sino también del sector posterior e incluso para puentes^{1,6}.

Como se ha explicado anteriormente, desde finales del siglo XVIII ha sido muy largo el camino recorrido por la investigación en el mundo de las cerámicas dentales. Han resultado tan importantes y revolucionarios los cambios y aportaciones en este campo, sobre todo en los últimos treinta años, que hoy en día existe una enorme heterogeneidad de estos materiales. **Las cerámicas dentales se pueden clasificar** en función de tres criterios^{17, 28-30}:

- Temperatura de sinterización.
- Técnica de confección.
- Composición química.

a) Clasificación por la **temperatura de sinterización**: a su vez, se dividen en:

- Alta sinterización: por encima de 1300 °C.
- Media sinterización: entre 1050 y 1300 °C.

- Baja sinterización: entre 850 y 1050 °C.
- Muy baja sinterización: por debajo de 850 °C.

El término *sinterizado* se confunde fácilmente con el de *fusión*, por este motivo, es necesario aclarar estos dos conceptos. La *temperatura de fusión* sólo se alcanza durante el proceso industrial de obtención de los polvos cerámicos. En cambio, el **sinterizado** es el procedimiento por el que dichos polvos, previamente compactados, sometidos a presión y alta temperatura (pero inferior a la de fusión) quedan unidos superficialmente. Es decir, para que los componentes de una cerámica se junten y formen un cuerpo denso, es necesario aumentar la temperatura. Según sea ese aporte térmico, las cerámicas se clasifican en los cuatro tipos anteriormente citados³¹⁻³³.

El intervalo de temperatura para pertenecer a uno u otro grupo varía ligeramente según la literatura consultada. Clásicamente se decía que la *alta sinterización* era exclusiva de la industria, ya que se empleaba únicamente para tecnología CAD/CAM y cualquier otro dispositivo o instrumento cerámico de uso clínico. Sin embargo, con los nuevos sistemas de circonia, se ha incorporado también al laboratorio dental donde se utiliza para procesar las estructuras internas de estas prótesis totalmente cerámicas^{1, 6, 11}. En la alta sinterización, el material al enfriarse siempre sufre un cambio dimensional importante, porque, además de la lógica reducción de volumen que se produce al aproximarse las partículas, cuanto más alta es la temperatura, más afecta su coeficiente de contracción térmica. A pesar de ello, estas cerámicas, una vez procesadas, son las más estables y las que poseen mejores propiedades mecánicas³⁴⁻³⁶.

La *media y baja sinterización* son más propias del laboratorio dental. Se utilizan para aplicar las porcelanas de recubrimiento en las restauraciones ceramometálicas y totalmente cerámicas. En estos sistemas es fundamental que la temperatura de procesado del recubrimiento esté por debajo de la del núcleo, ya sea metálico o cerámico. De lo contrario, en las múltiples cocciones a las que se somete a la porcelana, se correría el riesgo de deformar la estructura subyacente. Actualmente existen cerámicas de *muy baja sinterización*, por debajo de los 850 °C, para disminuir los cambios dimensionales térmicos, por las nuevas aplicaciones (nuevos materiales, como el titanio en las técnicas ceramometálicas, el cual, al llegar a los 880°C, sufre una



transformación alotrópica que puede ocasionar distorsiones) y para ahorrar energía térmica^{1, 37-40}.

El futuro de estas cerámicas de baja temperatura es muy prometedor, máxime si tenemos en cuenta que sus propiedades mecánicas se están mejorando y cada vez se aproximan más a las de alta sinterización⁴¹⁻⁴⁴.

b) Clasificación según la **técnica de confección**:

La clasificación de las cerámicas analizando exclusivamente la forma de su confección en el laboratorio es bastante útil y representativa. Siguiendo este criterio, los sistemas cerámicos se pueden clasificar en tres grupos^{1, 37, 45, 46}:

- **Técnicas de condensación**, sobre:
 - Hoja de platino.
 - Cofia: porcelanas feldespáticas y aluminosas convencionales para recubrimiento estético y funcional.
 - Modelo refractario.
- **Técnicas de sustitución a la cera perdida**:
 - Colado.
 - Inyección por presión.
- **Técnicas asistidas por ordenador**.

En la confección mediante **técnicas de condensación** se agrupan todas aquellas porcelanas que requieren una condensación previa a la fase de cocción. La cerámica se prepara añadiendo agua destilada o líquido aglomerante al polvo, obteniéndose una masa plástica a temperatura ambiente. Esta pasta se modela hasta obtener la forma deseada y seguidamente se sinteriza en un horno⁴⁷⁻⁵⁰. Algunos de los sistemas que se confeccionan mediante esta técnica, son: Optec[®] HSP (Jeneric), Fortess[®] (Myron Int) o In Ceram[®] Spinell (Vita).



Para conseguir un producto final con unas buenas propiedades mecánicas es importante condensar bien el material⁵¹. Se pueden emplear tres procedimientos: *vibración*, *espatulado* o *pincelado*. La *vibración* consiste en aplicar la porcelana húmeda sobre el troquel y seguidamente vibrarla con suavidad para que las partículas se unan. Este método resulta muy útil para las incrustaciones. En el *espatulado*, la cerámica se empaqueta y se comprime hasta homogeneizar el material. La técnica de *pincelado* se basa en modelar la masa fluida mediante un pincel eliminando el sobrante de humedad con papel absorbente; es decir, las partículas se van aglomerando por acción capilar. La condensación se puede realizar sobre una *hoja de platino*, sobre una *cofia* o sobre un *modelo refractario*^{52, 53}.

Los métodos o **técnicas de sustitución a la cera perdida** están basados en el tradicional modelado de un patrón de cera que, posteriormente, se transforma, mediante colado o inyección, en una cofia interna o una restauración completa de cerámica; tal y como clásicamente se efectúa con el metal. Al contrario de lo que pudiera parecer, estos sistemas no son de invención reciente. A principios del siglo XX ya aparecían descritos diferentes procedimientos para colar porcelana. No obstante, ninguno obtuvo éxito debido a problemas de tipo técnico, ya que las porcelanas no fundían correctamente, los revestimientos eran poco resistentes, etc. En la actualidad, podemos distinguir dos grupos: *colado* (en este apartado se encuentran las vitrocerámicas, que son materiales caracterizados por ser inicialmente vidrios y tras un proceso de conversión, denominado desvitrificación, cristalización o ceramización, sufren un cambio estructural, mediante un tratamiento térmico, pasando a formar una estructura parcialmente cristalizada, es decir, una cerámica) e *inyección por presión* (se calienta la cerámica hasta alcanzar una consistencia fluida y se pasa hacia el interior de un cilindro mediante inyección por presión; este procedimiento aumenta la resistencia de la cerámica porque disminuye la microporosidad y proporciona una distribución más uniforme de los cristales en el seno de la matriz)⁵⁴⁻⁵⁶. Dos de los sistemas más representativos de este grupo, son: IPS e.max[®] Press (Ivoclar) e IPS e.max[®] ZirPress (Ivoclar).

Las **técnicas asistidas por ordenador**, también llamadas **CAD/CAM**, que son las iniciales de **Computer Aid Design** y **Computer Ais Machining**⁵⁷⁻⁵⁹, son fruto de la



aplicación a la Odontología de modernas innovaciones tecnológicas. Se desarrollaron en la década de los 80 para confeccionar incrustaciones pero en la actualidad se utilizan fundamentalmente para fabricar estructuras cerámicas aluminosas y circoniosas. Sus ventajas son^{28, 54, 60, 61}:

- Evitan las distorsiones inherentes al proceso de elaboración tradicional.
- Consiguen restauraciones de alta precisión ya que son procedimientos muy controlados y automatizados.
- Ahorran tiempo porque suprimen fases en la confección de las prótesis.

Estas técnicas constan, básicamente, de tres fases: *digitalización*, *diseño* y *mecanizado*. Gracias a la digitalización se registra tridimensionalmente la preparación dentaria. Esta exploración puede ser *extraoral* (a través de una sonda mecánica o un láser se escanea la superficie del troquel o del patrón) o *intraoral* (en la que una cámara capta directamente la imagen del tallado, sin necesidad de tomar impresiones)^{62, 63}. Varios estudios han demostrado que la digitalización extrabucal es superior a la óptica intrabucal, aunque se están realizando múltiples investigaciones en este campo que arrojarán nuevos datos en los próximos años^{47, 64}.

Estos datos se transfieren a un ordenador donde se realiza el diseño con un software especial. En esta fase, el dato más importante es la situación de la línea de terminación. Por regla general, el margen tiene que suponer un cambio drástico de dirección para que pueda ser reconocido por el ordenador. Cuando esto no es posible, los programas de diseño permiten dibujar la línea de terminación sobre la imagen virtual de la preparación. No obstante, esta práctica no es recomendable porque en estos casos la precisión del ajuste marginal dependerá en gran medida de la resolución informática del software y de la habilidad del técnico^{1, 65}. Por este motivo, cuando se emplean estos sistemas, es muy importante tallar nítidamente el límite de la preparación. Concluido el diseño, el ordenador da las instrucciones a la unidad de fresado, que inicia de forma automática el mecanizado de la estructura cerámica. Los métodos de confección se pueden clasificar en tres grupos^{45, 66, 67}:



- Fresado de un bloque cerámico completamente sinterizado.
- Fresado de un bloque cerámico presinterizado y tratamiento posterior mediante alta sinterización o infiltración vítrea.
- Prensado isostático, en frío, de polvo cerámico, fresado y sinterización final.

Por último, el núcleo resultante se recubre con porcelana convencional mediante la técnica de capas para finalizar la restauración. Algunos ejemplos de cerámicas que pertenecen a este grupo, son: Cerec[®] (Sirona), Procera[®] (Nobel Biocare), Lava[®] (3M Espe), Cercon[®] (Dentsply), Everest[®] (Kavo), IPS e.max[®] ZirCAD (Ivoclar) e IPS e.max[®] CAD (Ivoclar).

Actualmente, no existe suficiente evidencia científica para determinar cuál es el mejor procedimiento^{1, 68, 69}. Sin embargo, en lo que si están de acuerdo la mayoría de los autores es que la tecnología CAD/CAM se ha impuesto a la técnica de confección manual. A pesar de ello, su uso todavía no se ha extendido todo lo ampliamente que se pensaba, debido al elevado coste de estos equipos^{1, 8, 70, 71}.

c) Clasificación por la **composición química**:

Como ya hemos señalado, las cerámicas propiamente dichas tienen, por definición, en su estructura final una fase cristalina; es decir, microscópicamente podemos distinguir zonas donde sus átomos se encuentran ordenados de forma periódica, constituyendo cristales. La estructura cristalina es opuesta al estado amorfo, típico de los vidrios, donde los átomos se disponen espacialmente al azar. La gran mayoría de las cerámicas dentales tienen una estructura mixta, porque poseen una fase cristalina y otra amorfa. Es decir, son materiales compuestos formados por una matriz vítrea (cuyos átomos están desordenados) en la que se encuentran inmersas partículas, más o menos grandes, de minerales cristalizados (cuyos átomos se encuentran dispuestos uniformemente)^{1, 6, 67}.



Químicamente, las porcelanas dentales se pueden agrupar en tres grandes familias:

- Cerámicas feldespáticas:
 - Convencionales.
 - De alta resistencia.
- Cerámicas aluminosas:
 - Convencionales.
 - De alta resistencia.
- Cerámicas circoniosas.

Las **cerámicas feldespáticas convencionales** fueron las primeras porcelanas de uso dental y tenían la misma composición que las porcelanas utilizadas en la elaboración de piezas artísticas. Contenían exclusivamente, los tres elementos básicos de la cerámica: feldespato (15-30%), cuarzo (15-30%) y caolín (40-70%). El mayor inconveniente que presentaban estas restauraciones era que, debido a su alta cantidad de caolín, resultaban muy opacas. Por ello, la composición de estas porcelanas se modificó hasta convertirse en un magma o matriz de feldespato (60-90%) en el que estaban dispersas partículas de cuarzo y, en mucha menor medida, caolín^{6,72}.

Hoy en día, estas porcelanas feldespáticas se utilizan, principalmente, en las técnicas ceramometálicas. Al tratarse básicamente de vidrios, poseen unas excelentes propiedades ópticas que nos permiten conseguir unos buenos resultados estéticos; pero, al mismo tiempo, son frágiles y no se pueden usar en prótesis fijas si no se “apoyan” sobre una estructura. Por este motivo, tienen un coeficiente de expansión térmica adaptado al de las aleaciones metálicas. Dentro de este grupo existe una gran variedad de productos: Biobond[®] (Dentsply), Carat[®] (Dentsply), Ceramco[®] II (Dentsply), Creation[®] (Jensen), Duceram[®] (DeguDent), Ex3[®] (Noritake), IPS[®] Classic (Ivoclar), Jelenko[®] (Heraeus Kulzer), Microbond[®] (Austenal), Omega[®] 900 (Vita), Response[®] (Vita), Vintage[®] (3M ESPE), Vivodent PE[®] (Ivoclar), VMK 95[®] (Vita), Will-Ceram[®] (Ivoclar), etc¹.



Las **cerámicas feldespáticas de alta resistencia** surgieron debido a la demanda de una mayor estética y la búsqueda de materiales que tuvieran una tenacidad adecuada para confeccionar coronas y puentes completamente cerámicos. Tienen una composición muy similar a la anteriormente descrita, poseen un alto contenido de feldespatos, pero se caracterizan por incorporar a la masa cerámica determinados elementos que aumentan su resistencia mecánica (100-300 Mpa). Entre ellas encontramos^{1,73,74}: Optec-HSP[®] (Jeneric), Fortress[®] (Myron Int) y Finesse[®] AllCeramic (Dentsply), que deben su resistencia a una dispersión de microcristales de leucita, repartidos de forma uniforme en la matriz vítrea (la leucita refuerza la cerámica porque sus partículas, al enfriarse, sufren una reducción volumétrica porcentual mayor que el vidrio circundante; esta diferencia de volumen entre los cristales y la masa amorfa, genera unas tensiones residuales que son las responsables de contrarrestar la propagación de grietas). Otros ejemplos de este tipo de cerámicas son: **IPS e.max[®] Press (Ivoclar)** e **IPS e.max[®] CAD (Ivoclar)**, que están reforzadas con disilicato de litio (la presencia de estos cristales mejoran la resistencia, pero también aumentan la opacidad de la masa cerámica; por ello, con estos materiales solamente podemos realizar la estructura interna de la restauración. Para obtener un buen resultado estético se recubre con una porcelana feldespática convencional, como **IPS e.max[®] Ceram (Ivoclar)**, que contiene un 10% de cristales de fluorapatita, proporcionándole unas buenas propiedades ópticas de translucidez, brillo y dispersión de la luz).

Las **cerámicas aluminosas convencionales** se caracterizan por tener un contenido en alúmina entre el 20 y el 45%, proporción que les permite combinar unas buenas cualidades ópticas con una tenacidad razonable. Se utilizan fundamentalmente en el recubrimiento estético y funcional de los núcleos aluminosos de alta resistencia. Esto explica que tengan un comportamiento térmico similar al óxido de aluminio puro ($6,5-8 \times 10^6 \text{ K}^{-1}$). A este grupo pertenecen: AllCeram[®] (Ducera), Cerabien[®] (Noritake), Vitadur N[®] (Vita), Vitadur[®] Alpha (Vita), VM7[®] (Vita) y NobelRondo[®] Alumina (Nobel Biocare)^{1,6}.

En los últimos años se han desarrollado cerámicas aluminosas especiales para recubrir estructuras confeccionadas con circonia^{75, 76}. Se diferencian de las anteriores en

poseer un coeficiente de expansión térmica más alto, adaptado al del óxido de circonio ($9-10,5 \times 10^6 \text{K}^{-1}$) y en la necesidad de usar previamente, algunas de ellas, un “bonder” o “liner” que actúa como agente de unión entre ambos materiales. Ejemplos de estas porcelanas son: CZR[®] (Noritake), Cercon[®] Ceram S (DeguDent), Lava[®] Ceram (3M Espe), Veneering Ceramic D[®] (Vita) y VM9[®] (Vita)^{1, 6}.

Las **cerámicas aluminosas de alta resistencia** se definen porque la alúmina está presente en su composición en un 60-99%. Al tener tal alto porcentaje, su microestructura es básicamente cristalina. Debido a ello poseen una elevada resistencia mecánica (300-700 Mpa). Estos valores permiten a algunas de estas cerámicas confeccionar no solo núcleos para las coronas sino también para puentes. Los sistemas más representativos son: In-Ceram[®] Alumina (Vita), In-Ceram[®] Spinell (Vita), In-Ceram[®] Zirconia (Vita), Procera[®] AllCeram (Nobel Biocare)⁷⁷⁻⁸⁰. Las **cerámicas circoniosas** constituyen, actualmente, el grupo más novedoso y, a la vez, más prometedor. Estas cerámicas de última generación, están compuestas por óxido de circonio altamente sinterizado (95%), estabilizado parcialmente con itrio (5%) (últimamente está empezando a sustituirse el itrio por el cerio). El óxido de circonio (ZrO_2) también se conoce químicamente con el nombre de circonia o circona. La principal característica de este material es su elevada tenacidad debido a que su microestructura es totalmente cristalina y además posee un mecanismo de refuerzo denominado “transformación resistente” (Figs. 1.2 y 1.3). Este fenómeno descubierto por Garvie & cols. en 1975, consiste en que la circonia parcialmente estabilizada ante una zona de alto estrés mecánico como es la punta de una grieta, sufre una transformación de fase cristalina, pasa de forma tetragonal a monoclinica, adquiriendo un volumen mayor (Figs. 1.2 y 1.3). De este modo, se aumenta localmente la resistencia y se evita la propagación de la fractura^{81, 82}. Esta propiedad le confiere a estas cerámicas una resistencia a la flexión entre 1000 y 1500 Mpa, superando con un amplio margen al resto de porcelanas. Por este motivo, a la circonia se le considera el “acero cerámico”, e incluso se coloca a estos materiales por delante de las restauraciones metálicas, en cuanto a valores de resistencia a la fractura^{1, 6, 83-86}.

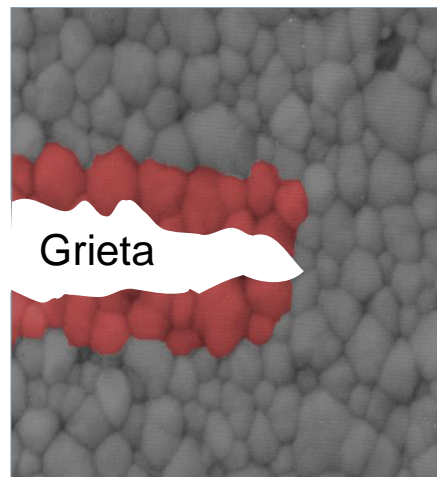


Figura 1.2. Representación del freno de grieta en una zona de transformación.

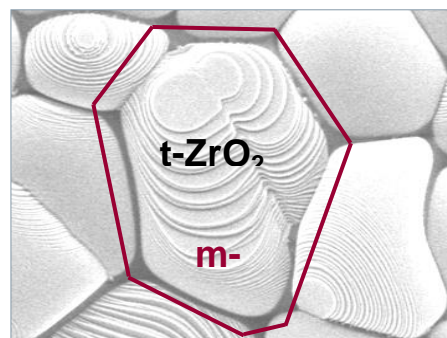


Figura 1.3. Núcleo de una cerámica.

A este grupo pertenecen DC-Zircon[®] (DCS), IPS e.max[®] ZirCAD (Ivoclar), Procera[®] AllZirkon (Nobel Biocare), Cercon[®] (Dentsply) y Lava[®] (3M ESPE)^{1, 6}. Las anteriores son **cerámicas de circonia metaestable** y existe otro grupo de cerámicas circoniosas que son las de **alúmina-circonia metaestable**, cuyo principal sistema es In-Ceram[®] Zirconia (Vita). Al igual que las aluminosas de alta resistencia, estas cerámicas son muy opacas (no tienen fase vítrea) y por ello se emplean únicamente para fabricar la estructura interna de la restauración⁸⁷⁻⁸⁹. Es decir, deben recubrirse, normalmente mediante la *técnica de estratificación de capas*, con porcelanas convencionales para conseguir una buena estética. Recientemente se han desarrollado nuevas composiciones para recubrimientos, de manera que muchos fabricantes presentan recubrimientos específicos para sus núcleos circoniosos^{90, 91}. De igual forma, en los últimos tiempos se están recubriendo los núcleos de circonio



con *cerámicas inyectadas a presión* (por ejemplo, **IPS e.max[®] ZirPress**, de Ivoclar), lo cual disminuye el estrés térmico que puede originar la técnica de estratificación de capas sobre las propiedades mecánicas finales de las cerámicas.

1. 2. Restauraciones metal-cerámica.

1.2.1. Concepto y clasificación de las aleaciones metálicas.

Las restauraciones metal-cerámica en odontología, son aquellas que poseen un núcleo metálico y un revestimiento vítreo cerámico. Durante décadas, han sido las más utilizadas para diferentes tipos de rehabilitaciones protésicas.

A temperatura ambiente, los metales suelen ser duros y brillantes. Tienen una estructura cristalina en la que los átomos están muy compactados. Son opacos y buenos conductores del calor y de la electricidad^{92, 93}.

Las *aleaciones más utilizadas en Prótesis Fija* son principalmente *nobles y no nobles*.

El *colado* es la forma más habitual de trabajar las aleaciones metálicas en Prótesis Fija. Este proceso consiste en calentar la aleación hasta el punto de fusión para poder introducirla en un molde de revestimiento, previamente confeccionado a partir de un patrón de cera⁹⁴.

Las *aleaciones nobles* más utilizadas en restauraciones ceramometálicas, tienen fundamentalmente base de Oro o de Paladio. Según la ADA, las aleaciones nobles son aquellas que poseen, como mínimo, el 25% del peso en metales nobles. Para fortalecer la unión del metal y la porcelana, se añade a las aleaciones de Oro menos del 1% de metales no nobles, que forman óxidos (como el Estaño, el Indio o el Hierro). El Oro proporciona estabilidad superficial, evitando la corrosión y la oxidación de las estructuras metálicas. Para que sea estable superficialmente, la aleación debe poseer, al



menos, un 75% de Oro. La combinación con otros metales, aumenta la resistencia y el punto de fusión⁹².

Dentro de las aleaciones nobles, se encuentran las *aleaciones de alto contenido en Oro o altamente nobles*, clasificadas en cuatro tipos (del I al IV) según la ADA (en función del mayor al menor contenido en Oro). Las aleaciones tipo III (71-79,8% de Oro) son las más utilizadas en Prótesis Fija, ya que presentan la dureza más adecuada.

Sin embargo, debido al elevado coste del Oro, se prefieren *aleaciones con base de Paladio* y bajo contenido en Oro, que presentan propiedades aceptables (buen comportamiento clínico y menor coste económico). Estas aleaciones presentan propiedades similares a las de las aleaciones de Oro tipo III y IV, siendo su densidad menor (factor a tener en cuenta durante el colado). También la resistencia a la corrosión es menor, aunque si contienen, al menos, un 25% de Paladio, la cantidad de corrosión durante su uso será prácticamente despreciable.

Según la ADA, las *aleaciones no nobles o metal base*, son aquellas que poseen menos del 25% del peso en metales nobles; aunque, en la práctica, la mayoría no contiene ningún metal noble⁹³. Son las más utilizadas en Prótesis Fija para el colado de coronas y puentes. Estas aleaciones suelen ser de Cromo-Níquel (contienen un 70-80% de Níquel, un 10-25% de Cromo y pequeñas cantidades de otros elementos, como Molibdeno, Berilio, Titanio, etc^{92, 94}).

Son materiales muy rígidos, con un alto módulo de elasticidad. Su temperatura de fusión suele encontrarse entre 1200 y 1500 °C. Su densidad es, aproximadamente la mitad de la de las aleaciones de Oro para colado; por este motivo, las máquinas utilizadas para colado de aleaciones no nobles, deben ser capaces de producir una expansión extra, para lograr que el colado llene completamente el molde del revestimiento.

La subestructura metálica colada, ya sea noble o no noble, debe sufrir un *tratamiento térmico posterior*, para obtener un *óxido superficial* que permita el enlace metal-cerámica⁹⁴. Este hecho será desarrollado en el apartado de unión ceramometálica.

1. 3. Interfase sustrato-revestimiento.

1.3.1. Conceptos físicos de la interfase.

1.3.1.1. Unión ceramocerámica.

Se puede definir la *adherencia*, como la unión fisico-química entre dos materiales. Una buena adherencia entre dos cuerpos, implica el desarrollo de una interfase o zona intermedia. Esta interfase situada físicamente entre los dos cuerpos, tendría una naturaleza propia, distinta de la de ambos⁹⁵. Como se ha comentado en el apartado anterior, cuando la unión se establece entre un sustrato cerámico y un recubrimiento de la misma naturaleza, se habla de unión “ceramocerámica”.

Una buena interfase es aquélla en la que, además de fuerzas físicas, intervienen fuerzas químicas. La composición química del recubrimiento es decisiva en el desarrollo de la interfase. Debido a su estado físico, el recubrimiento es más activo que el soporte cerámico. No obstante, el sustrato también tiene gran importancia en la unión ceramocerámica. Para que se desarrolle una buena interfase, deben producirse nuevas fases cristalinas, formadas por reacciones entre los componentes de ambos cuerpos y para que se produzcan estas reacciones entre los componentes del recubrimiento y del sustrato, es necesario que la temperatura se eleve lo suficiente (de ahí la importancia de los diferentes ciclos de cocción durante la formación y caracterización de las restauraciones protésicas)^{95, 96}.

A pesar de lo comentado anteriormente, poco se sabe aún sobre la naturaleza de la unión que tiene lugar entre núcleos de circonio y sus recubrimientos vítreos. Recientemente, se están publicando investigaciones centradas en diversos aspectos que

tienen implicación en la formación de la interfase así como el comportamiento mecánico de la misma^{97, 98}. Observando que, pese a la elevada resistencia mecánica de la circonia, su unión a la porcelana de recubrimiento es baja (estimándose valores que rondan los 29 MPa)⁹⁹, sobre todo cuando se compara con otros sistemas totalmente cerámicos. Por poner un ejemplo, IPS Empress[®] da valores de 45 MPa de unión. Estudios que comparaban resistencias en la unión entre diferentes sistemas cerámicos, han estimado valores de resistencia que varían de 23-48 MPa⁹⁹.

El modo en que un recubrimiento rompe sobre la estructura subyacente, es decir, el patrón de fractura del mismo, está afectado directamente por la resistencia de la interfase. Así, cuando ésta es mayor que el estrés generado durante su proceso de fabricación, o bien, el aplicado de forma funcional o experimental, la estructura actúa como un material homogéneo de manera que la grieta se propaga a través de la interfase, desde el recubrimiento hacia el núcleo interno. Pero cuando la resistencia de la unión es baja, la propagación de la grieta sufre deflexión en la zona frágil de la interfase, propagándose a lo largo de ésta y, en consecuencia, provocando la delaminación del recubrimiento cerámico¹⁰⁰. En general, el modo de fractura de las cerámicas a base de circonio no ha sido bien documentado de forma que permita evaluar y comparar su comportamiento con el fin de establecer valoraciones críticas que permitan entender el problema. Se han publicado estudios que desvelan la propagación de grietas a lo largo de la interfase y su extensión por el recubrimiento de porcelana (provocando fracturas en “*chipping*”)^{101, 102}, mientras que otros estudios muestran como las grietas tienden a atravesar la interfase, aunque este hecho se produce con mayor frecuencia en otras estructuras totalmente cerámicas¹⁰³.

De recientes publicaciones, podemos recoger los siguientes factores que pueden reducir la resistencia de unión de núcleos de circonia a sus revestimientos^{99, 102, 103, 104}:

1. La principal razón de fallo mecánico del recubrimiento tiene su origen en la aparición de **estrés residual** generado en la interfase. En este punto, es importante recordar que la preparación del recubrimiento (generalmente siguiendo la técnica de



capas) implica una serie de ciclos térmicos basados en procesos de sinterización/enfriamiento que llevan implícitos los siguientes factores:

- Diferencias en los coeficientes de expansión térmica de núcleo y recubrimiento (CET): factor crítico para evitar el agrietamiento tras la cocción. Experimentalmente se ha comprobado que discordancias superiores al 10% resultan en dicho agrietamiento, siendo la naturaleza de las grietas dependientes de si el recubrimiento presenta mayor o menor CET que el núcleo subyacente. Un CET muy elevado del núcleo con respecto al recubrimiento puede provocar delaminación de este último. La circonia presenta un valor elevado de CET (10'5 aprox.). Es importante, además, mencionar que la circonia presenta muy baja *conductividad térmica*, hecho que provoca un incremento del estrés térmico residual bajo la superficie del recubrimiento primariamente generado por la diferencia en la expansión térmica. Los materiales con mayor *tensión o estrés residual* se asocian con baja conductividad térmica del núcleo y elevado coeficiente de expansión térmica.
 - La aparición de *estrés residual* en la interfase también se asocia a gradientes térmicos producidos durante el enfriamiento. Si la magnitud del estrés generado durante el mismo excede valores críticos, se produce la aparición y extensión espontánea de grietas. Este hecho aparece íntimamente asociado con el grosor de la capa del recubrimiento (factor importante que se ha comentado en el apartado anterior ya que las propias casas comerciales advierten del posible fracaso del material si no se respetan los grosores mínimos establecidos).
 - Además, la distribución de estrés está muy influenciada por el módulo elástico del núcleo y del recubrimiento: núcleos de elevado módulo elástico son capaces de reducir el estrés en la capa de recubrimiento al absorber energía. Sin embargo, por lo general, el reducido módulo elástico del recubrimiento y su diferencia con el núcleo, es causa y origen de fracturas en el primero.
2. El fracaso de las cerámicas de recubrimiento también se asocia a la presencia de **defectos estructurales** que tienen lugar durante el proceso de fabricación del mismo (como la generación de poros) y que tienden a concentrar tensiones

responsables del inicio de la propagación de grietas. Existen varios tipos y causas de este tipo de defectos que pueden localizarse en la superficie externa, la masa o en la superficie en contacto con la interfase. Por ser frágiles, este tipo de cerámicas tienen una capacidad limitada de absorber energía elástica, de manera que estos defectos estructurales asociados al estrés generado en la interfase, pueden provocar su fracaso prematuro bajo estrés funcional.

- De los factores propios del mecanismo de adhesión de dos sustratos (superficies de contacto, energía superficial y humectancia) resulta de gran relevancia la capacidad de la porcelana de recubrimiento fundida de mojar la superficie del núcleo lo suficiente para garantizar la unión de ambos sustratos. La **mojabilidad o humectación** de un material fundido sobre un sólido depende fuertemente de la *energía superficial* del mismo (fuerzas de atracción que producen los enlaces no saturados en la superficie de los cuerpos, directamente proporcional a la capacidad de adhesión). Se define *mojabilidad* como la capacidad de un líquido de fluir y adaptarse íntimamente a una superficie, permitiendo la coaptación total con ausencia de poros. Se evalúa midiendo la magnitud del ángulo que se forma entre la superficie y la gota de fluido (*ángulo de contacto*) que es inversamente proporcional a la humectancia (Fig. 1.8).

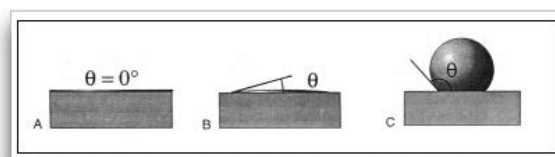


Figura 1.8. Mojabilidad. Ángulo de contacto (imagen cedida por el ICV del CSIC).

Una deficiente mojabilidad de la cerámica de recubrimiento sobre el núcleo puede reducir considerablemente la fuerza de unión entre ambos, promoviendo la aparición de fracturas por delaminación y contribuyendo así al fracaso mecánico de la restauración.

4. Por último, cabe mencionar como factor potencialmente influyente, un aspecto intrínseco al comportamiento microestructural de la circonia (formas cristalográficas) con los cambios de temperatura (Fig. 1.9), que adquiere gran relevancia cuando constituye el sustrato de la restauración. La transformación de fase tetragonal a monoclinica durante el proceso de enfriamiento se acompaña de un incremento en volumen (en torno al 4%) y distorsión suficientes para causar su fracaso mecánico. Sin embargo, asociando la circonia pura con óxidos estabilizantes, tales como ytria (creando las conocidas cerámicas Y-TZP), se consigue preservar una estructura tetragonal metaestable a temperatura ambiente, y con ello, su capacidad de generar una transformación T-M resistente bajo la inducción de estrés que le confiere a este material mayor dureza comparada con alúmina, siendo este hecho clave en su resistencia a la propagación de fracturas¹⁰⁵.

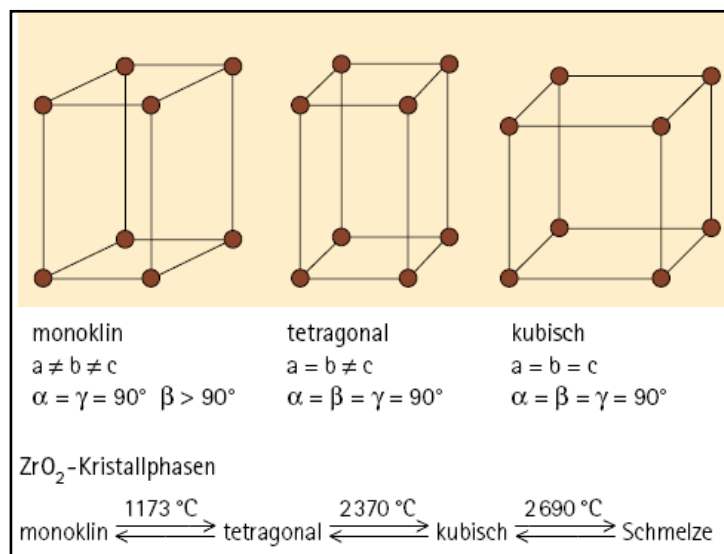


Figura 1.9. Formas cristalográficas del circonio en función de la temperatura (imagen cedida por el ICV del CSIC).

Los núcleos de circonia de los diferentes sistemas disponibles en el mercado pueden confeccionarse mediante el mecanizado a partir de bloques presinterizados seguido de una segunda sinterización a alta temperatura (la mayoría), o bien, mecanizados directamente sobre bloques duros de circonia completamente sinterizada (como se ha explicado en el apartado anterior). Es importante mencionar que las propiedades mecánicas de este material, y que le confieren cualidades



únicas como incrementar su *dureza superficial*, dependen fuertemente de factores microestructurales (como son el tamaño del grano, su orientación, tipo y contenido en dopante, contenido en fase monoclinica...) y de procesamiento (temperatura de sinterización)¹⁰⁶. Y que, debido a la metaestabilidad de sus cristales, este material es susceptible de sufrir un proceso de **degradación acelerada o envejecimiento (LTD)** que provoca un drástico descenso en su resistencia mecánica¹⁰⁷. Este fenómeno está muy documentado en la literatura, aunque no existe actualmente una relación clara, o lo suficientemente contrastada, entre éste y la predictibilidad de la circonia como biomaterial dental¹⁰⁸. Sin embargo, muy recientemente, han aparecido publicados estudios que analizan la interfase entre núcleos de Y-TZP y sus recubrimientos vítreos mediante Microscopía de Barrido (SEM) o Difracción de Rayos X (DRX)¹⁰⁹, poniendo de manifiesto la *transformación a fase monoclinica* que sufren algunos cristales de la superficie del circonio durante la preparación del recubrimiento de acuerdo a las técnicas de fabricación estándar. Este hecho, correspondiente al fenómeno, anteriormente mencionado, de envejecimiento acelerado, puede contribuir a una menor resistencia de la unión del núcleo con el recubrimiento y, con ello, al fracaso de la restauración por fractura.

A estos factores, hay que añadir otros, ajenos al mecanismo de unión y comportamiento de la interfase, pero que pueden estar implicados, asimismo, en la aparición de fracturas del recubrimiento como son la presencia de **fuerzas traumáticas intraorales** que excedan los límites de resistencia de la restauración o el **inadecuado diseño de la estructura** que no tenga en consideración la compleja distribución de *estrés tensional* que este tipo de restauraciones sufre durante su fabricación por los factores ya mencionados^{110,111}.

De la mayoría de estos factores se han realizado publicaciones siguiendo diferentes metodologías de investigación y, en muchos casos, llegando a conclusiones contradictorias. Razón por la cual todavía no existe una respuesta clara al problema que la frecuencia de fracasos clínicos por fractura del recubrimiento en este tipo de restauraciones cerámicas supone^{112,113}. Se han encontrado gran cantidad de estudios destinados a analizar la resistencia a la fractura del compuesto cerámico, así como de su

interfase, mencionando la implicación del resto de factores durante el proceso. Sin embargo, no se han encontrado artículos que estudien y analicen el factor de mojabilidad en estas cerámicas dentales.

1.3.1.2. Unión ceramometálica.

Se denomina *interfase* a la zona en la que confluyen la cerámica de recubrimiento con el sustrato o núcleo de la restauración protésica. Si el núcleo o sustrato es metálico, se habla de restauraciones “ceramometálicas”; pero si el sustrato también es cerámico, se habla de restauración o unión “ceramocerámica”. Es decir, el establecimiento de un sello hermético entre un material vítreo y un material cerámico o metálico, supone la formación de una interfase^{2, 95, 114, 115}.

Las restauraciones ceramometálicas han sido empleadas durante décadas, prestando gran atención a la preparación de la interfase previo recubrimiento cerámico, así como a las reacciones que promueven adhesión entre ambos sustratos. De esta forma, se sabe que la unión que tiene lugar entre un sustrato metálico y la porcelana de recubrimiento se caracteriza por ser una *unión mecánica* (por mojabilidad de la cerámica sobre una superficie metálica adecuadamente abrasionada y preparada, logrando un íntimo contacto), *compresiva-reológica* (por contracción de la porcelana durante el enfriamiento) y *química* (gracias a la formación de óxidos sobre la superficie de la aleación creando uniones covalentes con la porcelana)^{95, 116, 117}.

En cuanto a la *unión mecánica* cabe decir que, previamente al esmaltado, la superficie metálica puede ser sometida a ataque químico ácido o básico, a corrosión electrolítica, a mecanizado de superficie o a abrasión mecánica con arena, con el fin de producir irregularidades en ella. En el caso del mecanizado de superficie, la abrasión debe producirse con una determinada inclinación y en múltiples direcciones. De esta forma, se aumenta la superficie efectiva de contacto, entre el metal y el recubrimiento fundido (cuando, por acción del calor, el recubrimiento fundido alcance un grado de fluencia suficiente, penetrará a través de las irregularidades creadas en la superficie metálica, provocando una unión más fuerte)⁹⁵. Como indican Moore y cols., hay una



correlación positiva entre la rugosidad de la interfase metálica y el grado de unión sustrato-recubrimiento^{118, 119}.

La *unión química* en la interfase metal-porcelana, está asociada con la tendencia a alcanzar un equilibrio estable¹²⁰. Dicha unión puede establecerse como consecuencia de fuerzas de Van der Waals, o bien mediante la formación de un enlace químico a través de diferentes mecanismos que pueden implicar procesos de interdifusión, oxidación o transformación de fase. En el caso del proceso de oxidación, el oxígeno liberado por la reducción de un catión del recubrimiento se combina con el metal para formar una capa de óxido, de tal forma que el equilibrio se consigue por la saturación (reacciones redox) de la zona interfacial con el óxido del sustrato metálico (la capa de óxido es compatible con el metal por su origen y con el recubrimiento, por su afinidad química)⁹⁵. En el proceso industrial, la capa de óxido necesaria para el establecimiento del equilibrio en la interfase, se genera mediante la preoxidación del material metálico y para que se desarrolle una buena capa de óxido, es necesario controlar el tiempo y la temperatura del tratamiento térmico del metal previo al esmaltado y/o la primera aplicación del recubrimiento, según Tomsia y Pask¹²¹. De esta forma, la intensidad de la reacción en la interfase depende del potencial de oxidación-reducción del metal y de los cationes del recubrimiento⁹⁵.

En cuanto a la *unión compresiva/reológica* cabe destacar la importancia del enfriamiento lento, tanto durante los primeros ciclos de cocción del recubrimiento sobre el metal (para conseguir el sellado metal-porcelana), como durante el incremento del espesor del recubrimiento mediante capas, ya que una buena unión entre dichas capas es fundamental para evitar delaminaciones en la cerámica¹²²⁻¹²⁴.

Numerosas investigaciones sobre los mecanismos y factores implicados en la interfase metal-cerámica han permitido conocer casi al detalle las **diferentes causas que pueden provocar fracturas del recubrimiento**. Se han descrito fracasos debidos a la *contaminación superficial de la estructura metálica* que impide la unión de la cerámica fundida, así como el *exceso de producción de óxidos superficiales* que se desprenden fácilmente. También se han descrito fracasos debidos a *diferencias de*

módulos elásticos entre metal y porcelana (un exceso de contracción puede generar estrés compresivo tangencial, originando microcracks susceptibles de propagarse) o presencia de *microporos dentro de la cerámica*, causados en el proceso de condensación y sinterización. Asimismo, un *excesivo espesor de la porcelana de recubrimiento*, la *inadecuada estructura de soporte*, presencia de *fuerzas oclusales traumáticas* o una *inadecuada preparación dental* se han descrito como factores contribuyentes al fracaso mecánico de las restauraciones basadas en un sustrato metálico. Además, gracias a las investigaciones realizadas durante tantos años, se han analizado los diferentes patrones de fractura que tienen lugar en las mismas, como recoge Walton en su estudio¹²⁵.

Toda esta información, gran parte de ella útil para la comprensión de los posibles mecanismos y factores implicados en las uniones entre cerámicas, pone de manifiesto el largo camino que queda por recorrer para un mayor conocimiento de las cada vez más populares y empleadas *uniones ceramocerámicas* en odontología, así como las causas de su fracaso mecánico y las posibles alternativas que pudieran conseguir uniones con mayor predictibilidad clínica. Sobre todo en el caso concreto de unión entre porcelana y circonio^{126, 127}.

1.3.2. Análisis de la interfase sustrato-revestimiento.

1.3.2.1. Microscopía de Calefacción.

La microscopía de calefacción permite la observación de las variaciones morfológicas y dimensionales que sufre una muestra de material al ser calentada, pudiéndose determinar los intervalos de temperatura en los que se produce la contracción, expansión y fusión del material en estudio. Es decir, se trata de una técnica de caracterización que permite monitorizar, in situ, fenómenos físicos y químicos que ocurren en función de la temperatura en diferentes materiales^{95, 128}.

Se trata de una técnica de uso extendido en diferentes áreas de ciencias de los materiales y que se encuentra en un gran número de Centros de investigación y en instalaciones de un amplio rango del sector industrial (cerámica de pavimentos, vidrio,



carbón, gas, minerales...). El primer estudio reportado data de 1865 (Cobre en crisol de Boro). Sin embargo, ha sido y es ignorada en la gran mayoría de tratados sobre técnicas de caracterización de materiales cerámicos dentales, e incluso, en los más específicos sobre técnicas microscópicas. Se ha empleado en multitud de estudios de reblandecimiento y fusión de vidrios, vidriados, cerámicas esmaltadas, vitrocerámicas, cementos..., estudios de cinética de fusión de materias primas y composiciones, estudios de mojabilidad sólido/líquido, útiles en tecnología de recubrimientos, soldadura, sellado, ensayos de corrosión, estudios de inmiscibilidad líquido / líquido y, finalmente, estudios de sinterización (dilatometría óptica). Sirve, además, como medida indirecta de la viscosidad (Curvas viscosidad – temperatura)^{95, 129}.

Esta técnica permite, por tanto, realizar observaciones cualitativas y estudios cuantitativos de la cinética de sinterización, razón por la cual puede estudiarse la cinética de fundido durante el proceso de sinterización del recubrimiento vítreo sobre un sustrato, relacionada directamente con variaciones que experimenta la viscosidad a lo largo del intervalo térmico por el que pasa el vidrio desde su fusión hasta su enfriamiento. Pudiendo, asimismo, analizar la mojabilidad y fenómenos interfaciales relacionados con la interacción entre fases sólidas y líquidas⁹⁵.

Como se comentó en el apartado anterior, la *mojabilidad* es la capacidad que tiene un líquido de extenderse y dejar una traza sobre un sólido. Depende de las interacciones intermoleculares entre las moléculas superficiales de ambas sustancias. Se puede determinar a partir del ángulo que el líquido forma en la superficie de contacto con el sólido, denominado *ángulo de contacto*; a menor ángulo de contacto, mayor mojabilidad. Por lo tanto, el ángulo de contacto entre el sólido y el líquido, disminuye o aumenta en función del mojado, o no mojado, del sólido por el líquido⁹⁵.

Humenik y Kingery¹³⁰ estudiaron la aplicación de recubrimientos vítreos a superficies metálicas e indicaron que la mojabilidad y el trabajo de adhesión aumentan por la disminución de la tensión superficial, por las reacciones interfaciales y por la alta fuerza de unión metal-óxido⁹⁵.

El diagrama de fases del sistema binario cobre-plata puede utilizarse para ilustrar los fenómenos de mojado y extensión, según Sharps y cols.¹³¹ (Fig. 1.10).

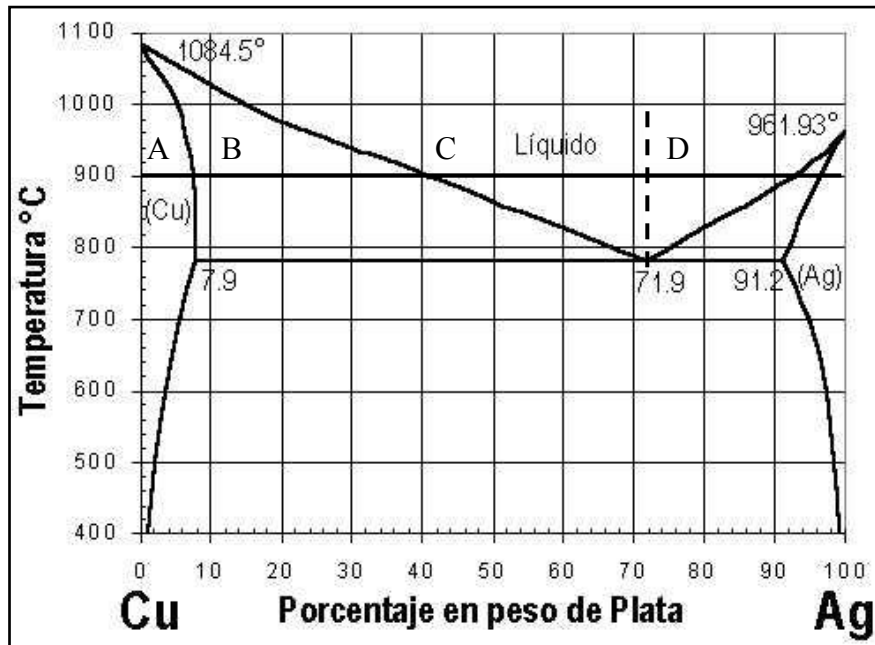


Figura 1.10. Diagrama de fases Cu-Ag.

El sistema presenta la solución sólida parcial de cobre en plata y de plata en cobre. Se va a considerar como sustrato, el cobre puro, representado por el punto A y el límite de la solución sólida de plata en cobre, representado por el punto B. El ensayo de la gota se realizará con el líquido eutéctico D y con el líquido de composición C. En los cuatro casos representados en la figura siguiente (Fig. 1.11)^{95, 131}:

C sobre B
(No hay reacción)



C sobre A
(Reacción pasiva-activa)



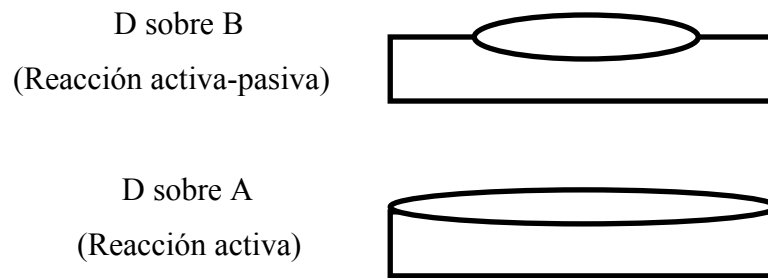


Figura 1.11. Ensayo de gota para distintas composiciones del sistema Cu-Ag^{95, 131}.

- Primer caso: C sobre B. No hay reacción química, ya que las fases están en equilibrio. No hay cambios de composición y tampoco hay reacción de extensión.
- Segundo caso: C sobre A. El sustrato A es reactivo y extiende el líquido C (no reactivo) sobre su superficie. A disuelve plata de C.
- Tercer caso: D sobre B. El líquido D no está en equilibrio con B y disuelve algo del sustrato para cambiar su posición a C. No se produce extensión, debido a que B es un participante pasivo, sin cambios en su composición, a pesar de que se esté disolviendo. D disuelve cobre de B.
- Cuarto caso: D en A. Tanto D como A son reactivos. D disuelve cobre de A, evolucionando hacia C y A disuelve cobre de D, evolucionando hacia B. En este caso se produce penetración de D en A y extensión de D sobre A.

Líquido reactivo es aquel que disuelve parte del sustrato, produciéndose unión química entre ambos; el líquido se instala sobre el sólido. La participación activa del sustrato es la responsable de la extensión del líquido sobre el mismo. Esto ocurre en el caso de sustratos reactivos⁹⁵.

El ejemplo de mojado de la plata sobre el cobre es válido para otros sistemas. Se ha observado en el mojado de vidriados sobre superficies cerámicas. Así, al esmaltar con un mismo vidriado una superficie de loza y otra de porcelana, se observa la distinta reactividad de esos soportes, tal y como indican Shaps y cols.^{95, 131}. No se debe olvidar el papel que juegan, en este aspecto, muchos otros factores, como la *tensión superficial*. Así, por ejemplo, se ha estudiado que para la mayor parte de los vidrios el coeficiente de

temperatura es negativo, es decir, al aumentar la temperatura del líquido, se produce una disminución progresiva de la tensión superficial; esto es debido a que la intensidad de las fuerzas intermoleculares disminuye al aumentar la agitación térmica. Por lo tanto, la tensión superficial del recubrimiento vítreo, disminuye a temperaturas elevadas y aumenta a temperaturas bajas.

El desarrollo de una unión fuerte entre dos cuerpos implica la actuación de fuerzas de distinta naturaleza, tanto físicas como químicas. Con respecto a la unión física, en la siguiente figura (Fig. 1.12), se pueden observar las tensiones existentes entre las distintas interfases, así como el ángulo de contacto entre sólido y líquido. La mojabilidad del recubrimiento vítreo sobre el sustrato, examinada a través de la microscopía de calefacción, sigue el mismo esquema⁹⁵.

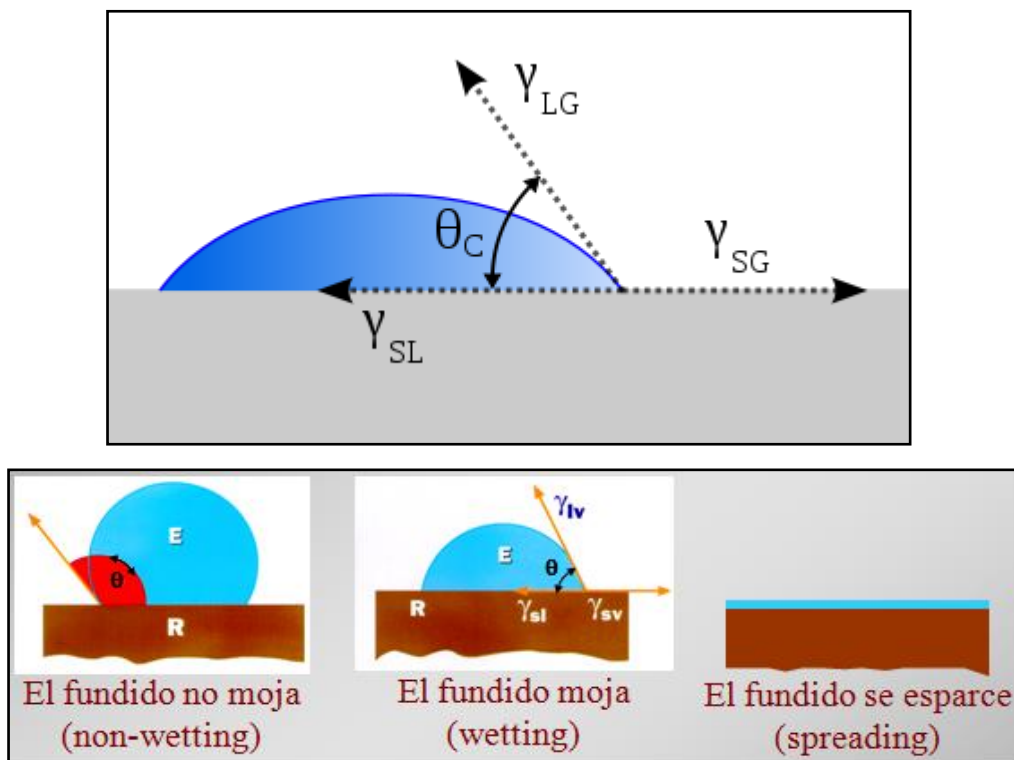


Figura 1.12. Ángulos de mojado del recubrimiento sobre el sustrato, siguiendo el esquema de gota de líquido sobre sólido (imágenes cedidas por ICV del CSIC).

La forma de gota es una función de tres términos de energía, como describe la ecuación de Young⁹⁵:



$$\gamma_{sg} = \gamma_{sl} + \gamma_{lg} \cdot \cos \theta$$

Donde σ_{sg} , σ_{sl} y σ_{lg} son las energías interfaciales de las interfases sólido-gas, sólido-líquido y líquido gas, respectivamente; siendo la *fuerza conductora de mojabilidad*, la disminución de la energía libre superficial (γ).

Un líquido mojará a un sólido ($\theta < 90^\circ$), cuando la energía neta del sistema disminuya como consecuencia de la formación de la interfase sólido-líquido. Cuanto mayor sea el grado de mojado, más pequeño será el ángulo θ (ángulo de contacto).

La *mojabilidad*, expresada por el *ángulo de contacto*, varía en función de la temperatura absoluta, siguiendo la ley de Arrhenius⁹⁵:

$$\theta = K \cdot e^{E/RT}$$

Donde E representa la energía de activación para la mojabilidad, K es una constante cinética, e es un factor preexponencial y RT es la temperatura absoluta.

Por lo tanto, al igual que ocurre entre sólidos y líquidos, la mojabilidad del recubrimiento vítreo sobre el sustrato, varía en sentido inverso del ángulo de contacto; es decir, la mojabilidad es tanto mayor cuanto más pequeño es el ángulo de contacto⁹⁵.

Llegados a este punto, es importante reseñar la existencia de diversos *factores que influyen en la adhesión* (temperatura, tensión superficial, composición de los sustratos, presión y tiempo de contacto...) entre el recubrimiento vítreo y el sustrato cerámico o metálico (como se ha comentado en los apartados de unión ceramocerámica y ceramometálica) ya que estos factores pueden estudiarse a través de la microscopía de calefacción (Fig. 1.13).

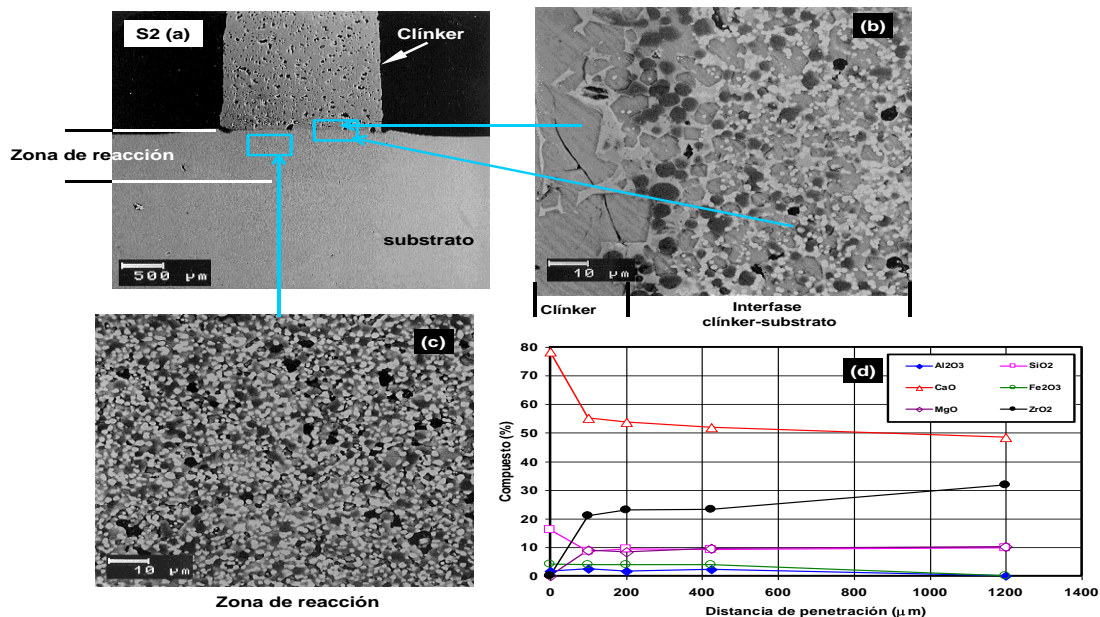


Figura 1.13. Mojabilidad: Interfase sustrato recubrimiento mediante Microscopía Óptica (a); zona de interfase a mayor aumento (b); zona de reacción del sustrato (c); reactividad según la composición (d). (Imágenes cedidas por el ICV del CSIC).

En cuanto a la *influencia de la temperatura*, se define *temperatura de sellado* como la temperatura a la que el recubrimiento vítreo impermeabiliza al soporte, según Amoros¹³². La temperatura de sellado no depende del tipo de sustrato y es básicamente la misma para sustancias metálicas y no metálicas⁹⁵. Sin embargo, la temperatura de sellado depende en gran medida del carácter del vidrio fundido; de esta forma, existe una relación entre el grado de viscosidad del recubrimiento vítreo y la temperatura de sellado. La explicación del binomio viscosidad-temperatura de sellado, es la siguiente:

La formación de un revestimiento vítreo implica la sinterización de sus partículas; cuando las partículas de vidrio son calentadas, su viscosidad decrece y cada grano cambia su forma a una más esférica formándose un líquido humectante entre partículas que comienza el sellado recubrimiento-sustrato. Si la temperatura es lo suficientemente alta para mantener cierto grado de viscosidad, las partículas empiezan a conectar entre sí. Este proceso es, a continuación, seguido de un proceso de cristalización a alta temperatura⁹⁵.



Los procesos de *sinterización* y *cristalización* pueden ocurrir de forma consecutiva o simultánea. Si la cristalización tiene lugar antes de completarse la sinterización, ésta se ve interrumpida por un abrupto incremento en la viscosidad del material. Bajo estas condiciones, el resultado es la formación de *poros en el material*. Por ello, el proceso de sinterización debe estar completado cuando la cristalización tenga lugar, para obtener materiales vítreos densos y de baja porosidad. De esta forma, los valores de viscosidad están determinados a partir del análisis de la cinética de sinterización no-isotérmica de un compacto de polvo de vidrio. Por tanto, cualquier factor o proceso que afecte la cinética de sinterización (tamaño de partícula, empaquetamiento, gases disueltos en el vidrio...) afectará los valores de viscosidad obtenidos por el recubrimiento, fomentará la aparición de poros en su interior y perjudicará el sellado entre el sustrato y el recubrimiento⁹⁵.

El microscopio de calefacción permite determinar la curva de viscosidad-temperatura de vidrios a partir de seis puntos fijos de viscosidad con un error inferior al 3%, permitiendo dibujar la curva completa (ISO 540 1995-03-15) utilizando una pequeña cantidad de vidrio como muestra (~100mg) (Fig. 1.14):

- Forma inicial de la muestra, inicio de contracción.
- Máxima contracción (sinterización).
- Reblandecimiento (ángulo > 10°).
- Esfera (ángulo $\geq 150^\circ$).
- Semiesfera (ángulo de contacto = 90°).
- Fluencia.

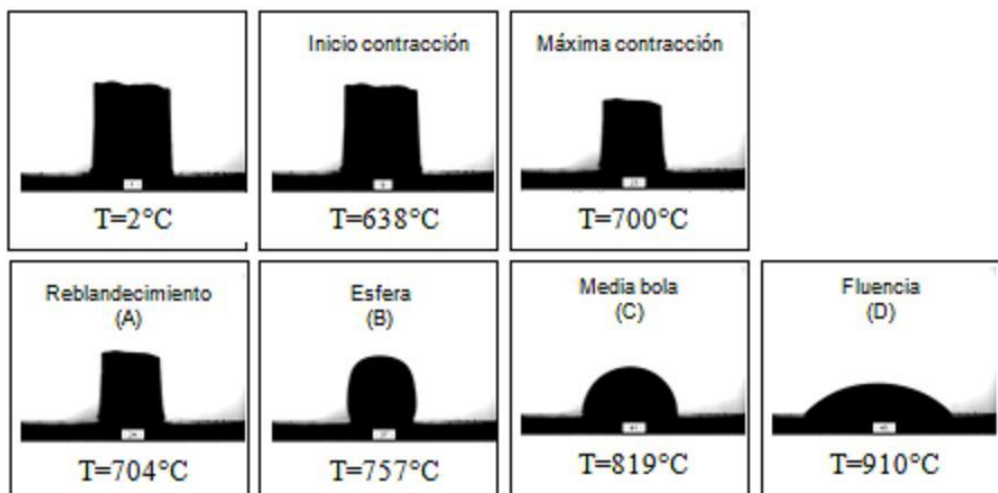


Figura 1.14. Imágenes ofrecidas por el software de microscopía de calefacción durante el proceso de aumento de temperatura.

El reconocimiento de las formas fundamentales de reblandecimiento y fusión durante el proceso térmico a través del microscopio óptico, permite establecer el diagrama característico del comportamiento del vidrio al fundirlo sobre un sustrato a modo de recubrimiento. Entendido este comportamiento según la reducción del área de las figuras, la reducción en altura y la variación del ángulo de contacto o factor de deformación (Figs.1.15 y 1.16):

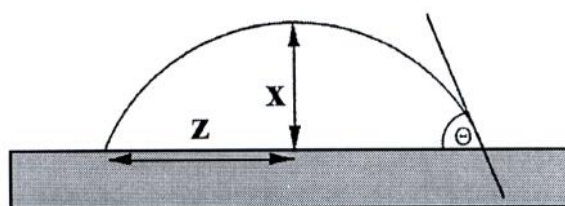


Figura 1.15. Factores de mojabilidad: altura (x), tamaño de la base (y), área (x) y ángulo de contacto.

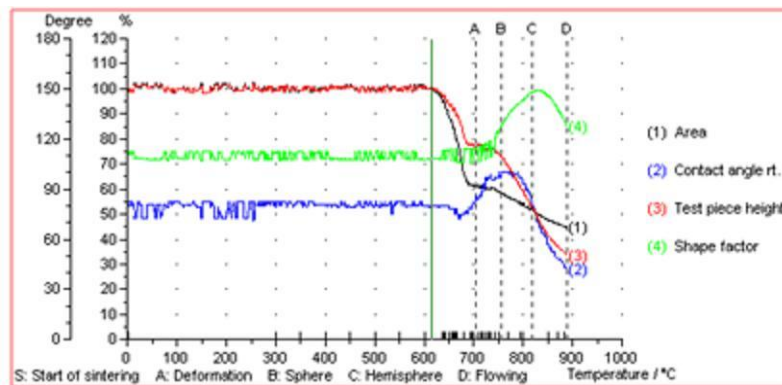


Figura 1.16. Comportamiento del vidrio fundido según diversos factores de mojabilidad.

1.3.2.2. Indentaciones. Resistencia mecánica de la interfase.

El ensayo de indentación, consiste en la impresión de una huella, bajo la aplicación de una carga determinada, en un material. Dependiendo de la carga máxima aplicada y de la geometría de la huella dejada, se puede obtener el valor de la *dureza* que es la presión de contacto media durante la carga máxima, esto equivale a definirla como la resistencia que opone un material a ser deformado permanentemente¹³³. Hoy en día uno de los indentadores más utilizados es el de tipo Vickers (Fig. 1.17)¹³⁴.

Por otro lado, la incapacidad de un material para deformarse plásticamente antes del agrietamiento, propiedad conocida como *fragilidad* (que depende de propiedades como el *módulo de Young*, la *dureza* y la *tenacidad a la fractura*) también puede ser medida a través de las técnicas de indentación^{95, 134-137}.

Dependiendo de la carga aplicada, se puede hablar de diferentes tipos de indentaciones¹³⁴:

- Nanoindentaciones: carga menor a 1N (□ 100gr.).
- Microindentaciones: carga de 1N a 500 N (□ 50Kg.).
- Macroindentaciones: cargas superiores a 500N.

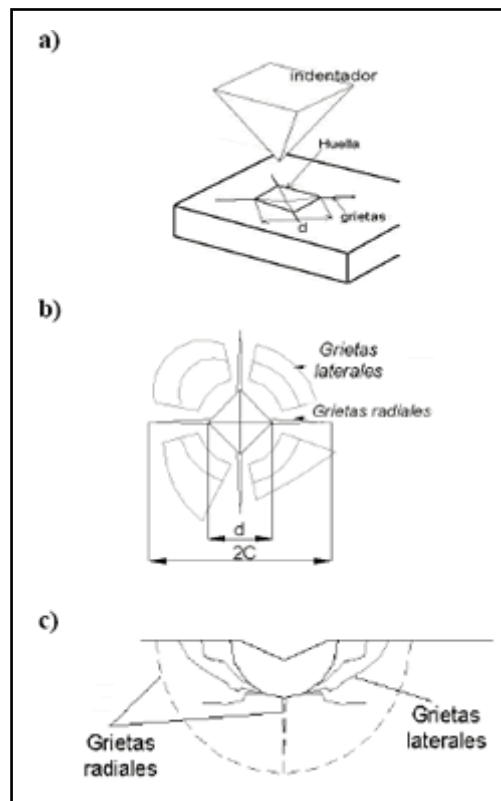


Figura 1.17. Huella en forma piramidal producida al aplicar una carga sobre un material frágil a través de un indentedor Vickers. **a)** Grietas radiales en los vértices de la indentación y longitud de la diagonal “d”. **b)** Vista en planta. **c)** Corte a través de la diagonal¹³⁴.

Algunos equipos pueden registrar la carga y los desplazamientos durante la aplicación de la carga y la descarga, lo que permite obtener otras propiedades mecánicas. El ensayo así realizado es conocido como **ensayo de dureza instrumentado o dinámico**. Estos equipos aplican cargas del orden de los μN (nanoindentaciones) y miden penetraciones del orden de los nm, lo que facilita la aplicación de esta técnica en el estudio de pequeños volúmenes, recubrimientos, láminas delgadas, etc ^{134, 138, 139}.

Los ensayos de dureza instrumentada fueron desarrollados para evitar medir el área de contacto, ya que, a los valores de carga empleados, la medida de las diagonales es una tarea difícil. Los primeros trabajos se realizaron de manera sistemática hacia finales de los años 70 (Frohlich y cols. en 1977) y durante el inicio de la década de los ochenta (Newey en 1982, Pethica y cols. en 1983, Loubet y cols. en 1986), dando lugar a un simposio sobre el tema (Blau P. y Lawn B, 1984). Pero no fue hasta el año 1986,

cuando Doerner y Nix realizaron un trabajo más comprensivo, trabajo que posteriormente fue mejorado por Oliver y Pharr en 1992, quienes propusieron un método para la interpretación de los ensayos de nanoindentación; método, que hasta hoy en día, es el más utilizado^{134, 140, 141}.

En los ensayos de indentación instrumentada, el área de contacto es inferida a partir de los datos de carga y desplazamiento y de la geometría del indentador empleado. La curva carga contra desplazamiento (P-h) obtenida, permite calcular la dureza y el módulo de Young, entre otras propiedades. En la siguiente figura (Fig. 1.18), se muestra una curva P-h típica de un ensayo de indentación, así como los parámetros más importantes para la obtención del área de contacto a carga máxima y la medición de la dureza y el módulo de elasticidad¹³⁴.

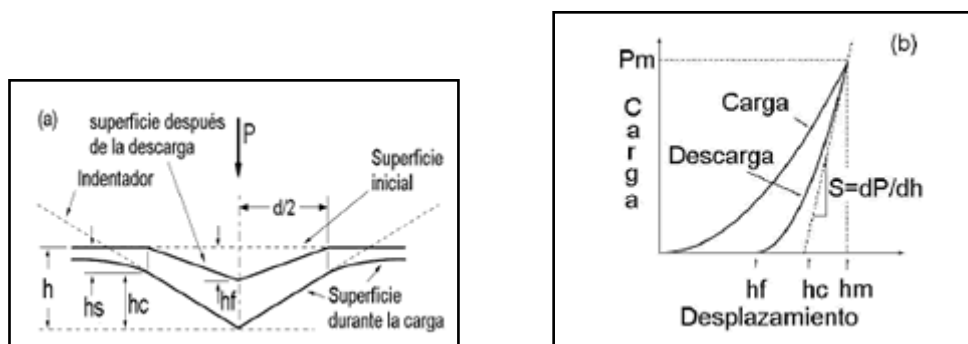


Figura 1.18. (a) Perfil de una huella producida por un indentador Vickers (durante y después de la aplicación de la carga) (b) Curva de carga - desplazamiento producida durante el contacto; Pm: corresponde a la carga máxima, hm: es la penetración máxima, hf: es la profundidad final de la huella o profundidad residual, S: es la tangente a la curva de descarga (rigidez), hc: es la profundidad de contacto lograda durante la aplicación de la carga máxima, hs: es la altura, por encima de la profundidad de la huella, con respecto a la superficie de la muestra¹³⁴.

Existen otros tipos de **ensayos** de indentaciones que son los **estáticos**. A través de ellos también se puede determinar la *dureza* de un material y a partir del análisis y el avance de las grietas que se generan tras la indentación, se puede calcular la *resistencia a la fractura* del material y el *grado de unión* que puede existir entre dos materiales sólidos adheridos^{95, 135, 142}.

En los ensayos de tipo estático, se produce la impresión de una huella bajo la aplicación de una carga determinada (pudiéndose realizar, como se ha comentado

anteriormente, nanoindentaciones, microindentaciones o macroindentaciones en función de dicha carga). En los materiales vítreos, debido a su fragilidad, no se pueden aplicar cargas elevadas ya que podrían originar roturas; por este motivo, al hablar de la dureza de los materiales vítreos, en realidad, es más adecuado utilizar el término de microdureza (que puede ser determinada a través de microindentaciones)^{95, 139, 143-145}.

Por lo tanto, en el proceso de indentaciones influyen los siguientes aspectos: la *carga aplicada*, el *tiempo de permanencia de aplicación de la carga* y la *punta del indentador*⁹⁵.

En referencia a la *punta del indentador*, existen sistemas esféricos y sistemas afilados. Dentro del campo de los indentadores esféricos, la indentación tipo *Hertz* es una de las más usadas y se utiliza para hacer *test de superficie* de materiales (Fig. 1.19). En cuanto a los indentadores afilados, los más utilizados son los de punta *Vickers* (Fig. 1.20) y los de punta *Knoop* (similar a la punta Vickers pero más aplanada) (Fig. 1.21); a diferencia de los esféricos, estos indentadores se utilizan para test de propiedades mecánicas realizados en el interior de los materiales (se realiza una sección del material a estudiar y se aplica la carga en el espesor de dicho material) (Fig. 1.22)^{95, 146-148}.

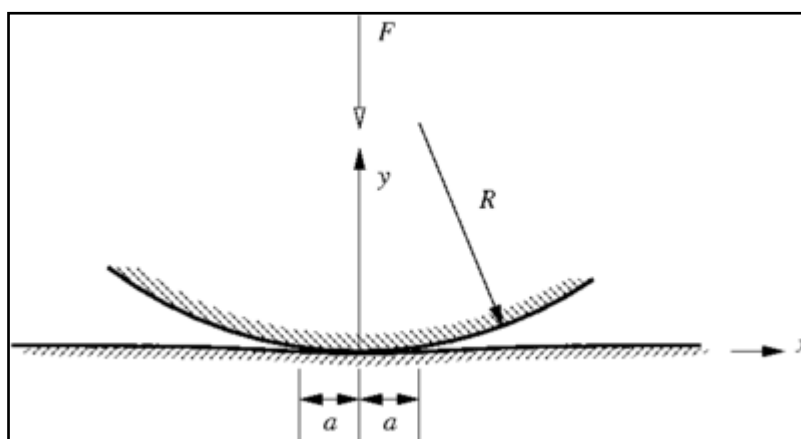


Figura 1.19. Esquema de una indentación tipo Hertz en la superficie del material a estudiar¹⁴⁶.

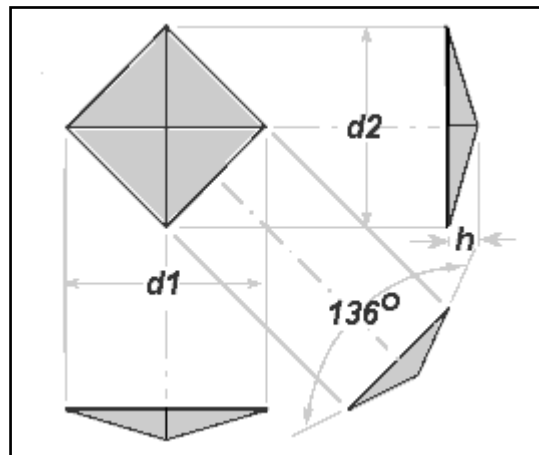


Figura 1.20. Punta de diamante para indentaciones tipo Vickers¹⁴⁶.

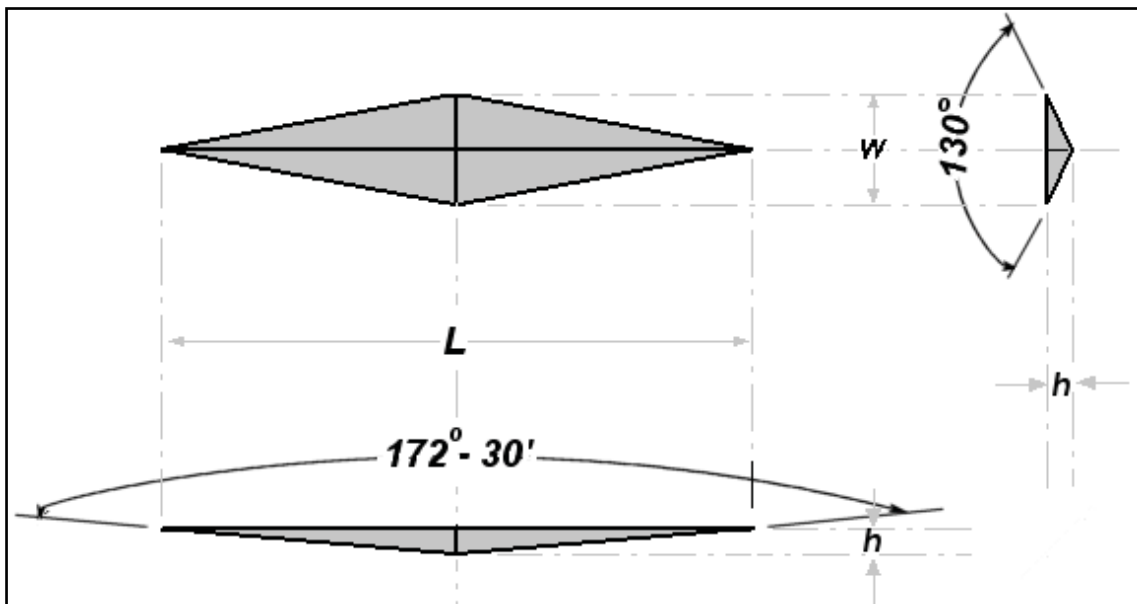


Figura 1.21. Punta de diamante para indentaciones tipo Knoop¹⁴⁶.

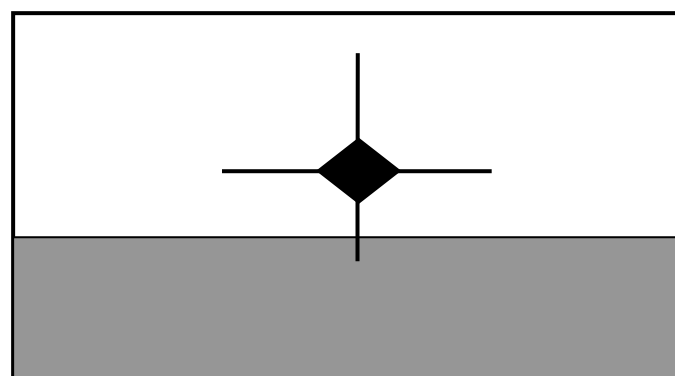


Figura 1.22. Esquema de la sección de un material bicapa con indentación tipo Vickers en el interior de una de las capas¹⁴⁶.

Según el material y la magnitud de la carga aplicada, se producen diferentes tipos de grietas tras la indentación. Tal y como indican Cook y Pharr⁹⁵, se pueden distinguir cinco tipos de *grietas principales* y dos tipos de *grietas secundarias*. Las grietas principales son: cónica, radial, media, semicircular y lateral. Las grietas secundarias son: radial secundaria y lateral superficial⁹⁵. También pueden aparecer mezclas de más de un tipo de grietas (Fig. 1.23). Por otro lado, en función del material sobre el que se produzca la indentación, pueden producirse zonas de *hundimiento* (característico de los materiales cerámicos y de metales sometidos a diferentes tratamientos térmicos) o de *apilamiento* (típico de metales endurecidos) en su superficie (Fig. 1.23)^{95, 134, 149-151}.

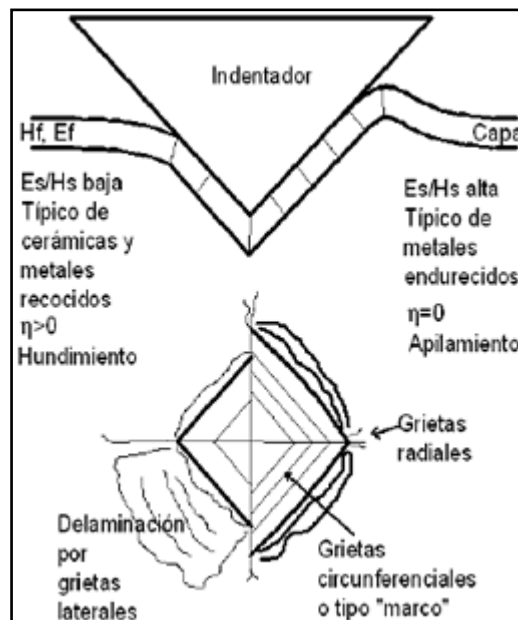


Figura 1.23. Zona de hundimiento y de apilamiento tras la indentación. Diferentes tipos de grietas alrededor de la indentación.

El *ciclo de indentación* es el tiempo que transcurre desde el inicio de la aplicación de la carga, hasta la finalización de la misma. Cada tipo de grieta tiene tendencia a producirse en un momento determinado del ciclo de indentación. Es decir, según el tipo de material, aparecerá un tipo de grieta u otro y esto ocurrirá en un momento determinado del ciclo de indentación⁹⁵.

Existen una serie de *variables de la indentación* que son: la forma de la indentación, el tamaño de la huella del indentador, la zona afectada por la indentación,



el tamaño de la grieta originada y el recorrido o progresión de dicha grieta. Estas variables son una función directa del tipo del material, de la estructura cristalina o amorfa del mismo, del tipo de empaquetamiento de sus partículas, de su estructura más o menos densa y, en el caso de tratarse de un material bicapa, del grado de unión entre las diferentes capas que componen la estructura de ese material^{95, 139, 152, 153}.

Por todo ello, el estudio de la respuesta a la indentación de un determinado material, contribuye a un conocimiento más exhaustivo del mismo. Las técnicas de indentación son una gran herramienta para la medición de las propiedades mecánicas de materiales cerámicos, en particular de su dureza, tenacidad a la fractura y módulo de elasticidad. Para esto es necesario combinar el uso de varios tipos de equipos que permitan la aplicación de cargas muy bajas, conocidas como cargas de nanoindentación, hasta cargas altas o de macroindentación; además de esto, es necesario el uso de distintos tipos de geometría de indentadores, dependiendo de las propiedades que se quieran medir. Sin embargo, la interpretación de los resultados debe ser cuidadosa, ya que los diversos modelos para el cálculo de estas propiedades son válidos sólo bajo ciertas condiciones^{95, 134, 140}.



II

Justificación

2. 1. Antecedentes.

Durante los últimos 40 años, la técnica ceramometálica ha resultado ser una alternativa eficaz para la confección de coronas y puentes en Prótesis Fija. Así, a lo largo de los años, estas restauraciones metal-porcelana han demostrado previsibilidad y longevidad suficientes, justificando de esta forma, su empleo como un tratamiento adecuado^{154, 155}. Por ello, esta técnica, hoy en día, es considerada el *goldstandard*. Sin embargo, el creciente interés en la estética dental que reina en la sociedad actual, unido a la cuestionada biocompatibilidad de algunos metales y aleaciones, han contribuido a acelerar el desarrollo de restauraciones libres de un sustrato metálico¹⁵⁶⁻¹⁵⁹.

Las restauraciones ceramocerámicas son aquéllas que están formadas por un sustrato y un recubrimiento cerámico y, por lo tanto, están libres de metal¹⁶⁰⁻¹⁶².

Hoy en día, hablar de restauraciones estéticas implica hablar de cerámica sin metal. La mayoría de las situaciones clínicas se resuelven con las técnicas ceramometálicas y no cabe duda de que con estos procedimientos se consiguen unos resultados más que aceptables, pero nunca alcanzan la naturalidad de las prótesis totalmente cerámicas. Esto se debe a que la estructura metálica impide el paso de los haces lumínicos, reduciendo la profundidad del color. En cambio, la cerámica sin metal, al permitir la transmisión de la luz a través del cuerpo del diente, consigue un mayor mimetismo. Respecto a la biocompatibilidad, debemos señalar que las cerámicas son más inertes que los metales. Las aleaciones, a excepción de las “pasivadas” con metales preciosos o con titanio, pueden verter iones nocivos al medio oral al sufrir corrosión. Por el contrario, la toxicidad no es un problema en los materiales cerámicos debido a su baja reactividad química¹⁶³⁻¹⁶⁶.

Clásicamente, el empleo de las restauraciones cerámicas estaba limitado por la fragilidad y la baja tenacidad que presentaban las porcelanas. Por ello, desde la aparición de las primeras coronas jacket a principios del siglo XX, se ha producido un progreso constante, tanto en los materiales como en las tecnologías para intentar mejorar el comportamiento clínico de estas prótesis. La evolución histórica de estos



sistemas ha sido y es una dura batalla por encontrar el equilibrio entre los factores biológicos, mecánicos, estéticos y funcionales^{163, 167-169}.

El material de recubrimiento juega un importante papel en el comportamiento mecánico final de las restauraciones totalmente cerámicas, sobre todo cuando hablamos de las constituidas a base de circonio¹⁰³. De hecho, pese a la escasez de estudios clínicos a largo plazo de este tipo de restauraciones, estudios a corto y medio plazo señalan que la predictibilidad de las restauraciones de circonio está determinada por la fragilidad de las cerámicas de recubrimiento y su limitada capacidad de unión al núcleo de circonio^{170, 171}. Delaminaciones con exposición del núcleo subyacente^{170, 172} y fracturas menores en “chipping” de las cerámicas de recubrimiento, han sido descritas en la literatura como las causas más frecuentes de fracaso en prótesis fija a base de circonio. Durante los últimos 3-5 años, se han publicado incidencias de fractura en “chipping” de hasta el 15% tras 24 meses de uso clínico¹⁷¹, 25% tras 31 meses¹⁰¹ y del 8-13% pasados 38 meses^{172, 173}. Asimismo, se han publicado casos de fracturas completas de rehabilitaciones ceramocerámicas de óxido de circonio. Estos datos contrastan con los pequeños porcentajes de fracturas del recubrimiento en las clásicas restauraciones ceramometálicas, que alcanzan entre el 2,7 y el 8% en periodos de observación de 10-15 años^{172, 173}.

Las especiales características de unión entre núcleo y recubrimiento asociadas a la baja resistencia mecánica de éste último, podrían considerarse, a priori, las principales causas de la elevada incidencia de “chipping” y/o delaminación del recubrimiento cerámico en las restauraciones libres de metal. Sin embargo, son múltiples las variables que influyen en la interfase entre una porcelana de recubrimiento y un núcleo cerámico de alta resistencia. Factores como las diferencias en los módulos de elasticidad, los coeficientes de expansión térmica (CET), la velocidad del enfriamiento durante los ciclos de cocción, la aparición de poros en zonas próximas a la interfase... pueden comprometer el éxito clínico de las restauraciones ceramocerámicas^{174, 175}.

El tratamiento térmico que sufren estas restauraciones durante su confección, parece clave en la adquisición de las propiedades mecánicas finales. De esta forma,



debe existir un equilibrio térmico entre el núcleo y el recubrimiento que evitaría la existencia de tensiones internas desfavorables para la unión ceramocerámica. La *dilatometría* es el método más utilizado para predecir la compatibilidad en la expansión térmica entre dos materiales cerámicos diferentes.

Pero además de posibles incompatibilidades en los CET que pueden llevar al fracaso de las restauraciones ceramocerámicas (y que están muy estudiados por las casas comerciales), parece que existen otras interacciones físico-químicas en la interfase que también interfieren en la resistencia final de estas restauraciones protésicas. Para comprender mejor estas interacciones, es importante investigar la *mojabilidad* del recubrimiento sobre el núcleo y los posibles defectos existentes a este nivel^{176, 177}.

Por todo ello, nos planteamos realizar un estudio experimental *in vitro* que evaluara la unión entre diferentes núcleos y recubrimientos cerámicos, en comparación con la unión metal-cerámica, mediante pruebas de *microscopía de calefacción* y de resistencia mecánica de la interfase con *indentaciones*.

2. 2. Objetivos.

Considerando la gran importancia que tiene la unión recubrimiento cerámico-núcleo en el comportamiento clínico de las restauraciones de Prótesis Fija, nos propusimos los siguientes objetivos:

1. Realizar la caracterización química a nivel de composición y microestructura de algunos de los sistemas cerámicos más representativos, de última generación, empleados en Prótesis Fija.
2. Evaluar el grado de mojabilidad, reactividad y unión que alcanzan distintas porcelanas de recubrimiento sobre diferentes núcleos cerámicos y metálicos, mediante *microscopía de calefacción*.
3. Determinar la estabilidad de la interfase recubrimiento-núcleo cerámico y recubrimiento-núcleo metálico, mediante pruebas de *indentación*.



4. Estudiar la relación entre los resultados obtenidos con microscopía de calefacción y las pruebas de indentaciones, para analizar la compatibilidad recubrimiento-núcleo cerámico y recubrimiento-núcleo metálico.
5. Identificar, a la luz de los resultados obtenidos, las posibles causas que pudieran conducir al fallo adhesivo y/o cohesivo de los recubrimientos vítreos en las restauraciones ceramocerámicas.

2. 3. Hipótesis de trabajo.

Los objetivos anteriormente expuestos, se expresaron en las siguientes hipótesis nulas (H0):

- No existirían diferencias en el grado de mojabilidad, reactividad y unión entre los diferentes grupos experimentales.
- No existirían diferencias en el comportamiento mecánico entre los diferentes grupos experimentales.
- No existirían diferencias en la compatibilidad recubrimiento-núcleo entre los diferentes grupos experimentales.



III

Material y Método

3. 1. Introducción

“La investigación científica no parte de la nada, sino que su punto de arranque debe ser la masa de conocimientos o de información progresivamente creciente, acumulada por la investigación de los científicos precedentes”.

“Respecto a esta masa de información, la investigación pretende aportar algo nuevo, o desarrollarlo en algún aspecto, por lo menos”.

“Para todo el que pretenda elaborar un trabajo de investigación es obligatorio, pues, empezar por esta tarea de obtención de información sobre los conocimientos existentes referentes al tema elegido”.

Con estas palabras del Prof. Sierra Bravo, extraídas de su libro “Tesis Doctorales y Trabajos de Investigación”^{178, 179}, se puede justificar la estructuración del apartado “Material y Método” en dos partes que difieren claramente: por un lado, el modo de obtención de los datos^{180, 181} y antecedentes experimentales del tema de estudio; y por otro lado, el experimento científico en sí. Por lo tanto, en primer lugar, se expondrá la metodología utilizada para la revisión bibliográfica y, posteriormente, la metodología empleada en la investigación experimental.

3. 2. Revisión bibliográfica

En primer lugar, se confeccionó una lista de palabras clave en español e inglés para su posterior búsqueda en las bases de datos disponibles.

- PALABRAS CLAVE: restauraciones cerámicas, óxido de circonio, sistemas totalmente cerámicos, porcelana de recubrimiento, delaminación, propiedades mecánicas, microscopía de calefacción, indentaciones, coeficiente de expansión térmica, mojabilidad, humectancia, interfase núcleo-recubrimiento.



- KEY WORDS: all-ceramic restorations, zirconium oxide, all-ceramic systems, veneering porcelains, chipping mechanical properties, high-temperature microscopy, indentations, coefficient of thermal expansion, wetting, spreading, veneer-framework interface.

A continuación, se buscaron dichas palabras clave en las bases de datos MEDLINE (PubMed) y Cochrane Library. Con estos parámetros, se encontraron más de trescientas referencias bibliográficas en los últimos diez años. No obstante, en ninguna de estas publicaciones se aplicaba la microscopía de calefacción para el estudio de biocerámicas. Las únicas referencias encontradas sobre esta técnica analizaban cerámicas industriales y pavimentos. Por otro lado, en ochenta publicaciones utilizaban distintas técnicas de indentaciones para el estudio de diversos materiales odontológicos. Sin embargo, solo en cuatro referencias bibliográficas empleaban esta técnica para analizar la estabilidad mecánica de la interfase recubrimiento-núcleo. Por lo tanto, dada la escasa evidencia científica existente sobre la compatibilidad entre las porcelanas de recubrimiento y los núcleos cerámicos de alta resistencia de última generación, era necesario aportar nueva información sobre este tema, realizando una investigación.

Posteriormente, se obtuvieron los artículos de las siguientes Bibliotecas y/o Hemerotecas:

- Biblioteca y Hemeroteca de la Facultad de Odontología de la Universidad Complutense de Madrid.
- Biblioteca y Hemeroteca del Instituto de Cerámica y Vidrio del Consejo Superior de Investigaciones Científicas.
- Biblioteca y Hemeroteca de la Facultad de Odontología de la Universidad de Barcelona.
- Biblioteca y Hemeroteca del Ilustre Colegio Oficial de Odontólogos y Estomatólogos de la 1ª Región.

A continuación, y tomando como base las normas propuestas por varios autores^{179, 182}, se revisaron las referencias bibliográficas seleccionadas y se confeccionó una ficha de cada uno de ellas. La bibliografía se cita en concordancia con las normas

dictadas por el Comité Internacional de Revistas Médicas (Grupo de Vancouver) en su reunión de Octubre de 1981¹⁸³.

3. 3. Investigación experimental

3.3.1. Grupos de estudio

Para la realización de esta investigación se crearon los siguientes grupos experimentales:

GRUPO	SUSTRATO	REVESTIMIENTO
DL Press / Ceram	IPS e.max [®] Press (Ivoclar)	IPS e.max [®] Ceram (Ivoclar)
DL CAD / Ceram	IPS e.max [®] CAD (Ivoclar)	IPS e.max [®] Ceram(Ivoclar)
ZrCAD / Ceram	IPS e.max [®] ZirCAD sin Zirliner (Ivoclar)	IPS e.max [®] Ceram (Ivoclar)
ZrCAD + Liner / Ceram	IPS e.max [®] ZirCAD con Zirliner (Ivoclar)	IPS e.max [®] Ceram (Ivoclar)
ZrCAD / ZrPress	IPS e.max [®] ZirCAD (Ivoclar)	IPS e.max [®] ZirPress (Ivoclar)
Zr Lava / Lava	Lava [®] Frame (3M ESPE)	Lava [®] Ceram (3M ESPE)
Cerapall / d.SIGN	Cerapall [®] (Metalor Technologies)	IPS d.SIGN [®] (Ivoclar)
Tilite / d.SIGN	Tilite [®] (Talladium)	IPS d.SIGN [®] (Ivoclar)

Tabla 3.1. Grupos experimentales del estudio.

Todos los materiales empleados en este estudio fueron manipulados siguiendo las instrucciones del fabricante. La composición química y propiedades físicas de cada uno de los materiales se describen en la Tabla 3.2.



**ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL DE LA UNIÓN
CERAMOCERÁMICA EN PRÓTESIS FIJA**

MATERIAL	CARACTERIZACIÓN	PROPIEDADES FÍSICAS		
		Resistencia flexural biaxial (Mpa)	Solubilidad química (µg/cm3)	CET (10 ⁻⁶ K ⁻¹) 100-400/500 °C
IPS e.max Ceram	SiO ₂ (60-65), Al ₂ O ₃ (8-12), Na ₂ O(6-9), K ₂ O(6-8), ZnO(2-3), CaO, P ₂ O ₅ , F(2-6), otros óxidos (2-8'5), pigmentos(0'1-1'5)	90±10	15±5	9'5±0'25
IPS e.max Press	SiO ₂ (57-80), Li ₂ O(11-19), K ₂ O(0-13), ZnO(0-8), P ₂ O ₅ (0-11), ZrO ₂ (0-8), otros óxidos (0-10), pigmentos(0-8)	400±40	40±10	10'15±0'4/ 10'55±0'35
IPS e.max CAD	SiO ₂ (57-80), Li ₂ O(11-19), K ₂ O(0-13), ZnO(0-8), P ₂ O ₅ (0-11), ZrO ₂ (0-8), otros óxidos y pigmentos(0-12)	360±60	40±10	10'15±0'4/ 10'45±0'25
IPS e.max ZirPress	SiO ₂ (57-62), Al ₂ O ₃ (12-16), Na ₂ O(7-10), K ₂ O(6-8), CaO (2-4), P ₂ O ₅ (1-2), F(0'5-1), ZrO ₂ (1'5-2'5) otros óxidos (0-12), pigmentos(0'2-0'9)	110±10	30±10	9'75±0'25/ 9'85±0'25
IPS Zirliner	SiO ₂ (50-60), Al ₂ O ₃ (16-22), Na ₂ O(6-11), K ₂ O(4-8), CaO, P ₂ O ₅ , F(2'5-7'5), otros óxidos (1'5-8), pigmentos(0'1-3)	90-10	15±5	9'8±0'25
IPS e.max ZirCAD	ZrO ₂ (87-95), Y ₂ O ₃ (4-6), HfO ₂ (1-5), Al ₂ O ₃ (0-1)	900±50	<10	10'75±0'25/ 10'80±0'25
Lava™ Ceram	ZrO ₂ , Y ₂ O ₃ , HfO ₂ , Al ₂ O ₃	950±10	no se puede medir	10±0'25
Lava™ Frame	ZrO ₂ , Y ₂ O ₃ , HfO ₂ , Al ₂ O ₃	1200-1625	no se puede medir	10±0'25

Tabla 3.2. Características y propiedades físicas de los grupos experimentales según las normas ISO 6872 e ISO 9693.

3.3.1.1. Sustratos cerámicos.

3.3.1.1.1. IPS e.max[®] Press.

IPS e.max[®] Press es una pastilla de cerámica de vidrio de disilicato de litio para la técnica de inyección. Según la clasificación de las cerámicas dentales presentada anteriormente, se trata de una cerámica feldespática de alta resistencia. El proceso de producción crea unas pastillas homogéneas con diferentes grados de translucidez. Estas pastillas presentan una resistencia de 400 MPa, siendo una de las pastillas de cerámica inyectada que presentan mayor resistencia. Estas pastillas se inyectan en los hornos de inyección de la casa comercial para realizar restauraciones precisas y ajustadas.

CET (100 – 400 °C) $10^{-6} / K$	10.2
CET (100 – 500 °C) $10^{-6} / K$	10.5
Resistencia a la flexión (MPa)*	400
Resistencia a la fractura (MPa m^{0.5})	2.75
Módulo de elasticidad (GPa)	95
Dureza Vickers (MPa)	5800
Solubilidad química ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)*	40
Temperatura de inyección (°C/°F)	915-920/1679-1688
*Según ISO 6872	

Tabla 3.3. Propiedades físicas del sistema IPS e.max[®] Press tras el proceso de inyección.

Es importante destacar, teniendo en cuenta la naturaleza de este estudio, una serie de *contraindicaciones de manipulación* que la propia casa comercial refiere:

- No alcanzar el grosor mínimo de los conectores y de la capa de inyección.
- Recubrir con una cerámica diferente a la aconsejada por la casa comercial.
- Inyectar dos o más pastillas en un solo cilindro.
- Inyectar IPS e.max[®] Press en el sistema IPS Investment 300 g.

- Utilizar opaquers de cerámicas sobre metal para la inyección sobre estructuras de electrodeposición.

Las restauraciones inyectadas de color natural, se maquillan y/o estratifican con IPS e.max[®] Ceram (cerámica de la que se hablará en el apartado de revestimientos vítreos) y se glasean.

3.3.1.1.2. IPS e.max[®] CAD.

IPS e.max[®] CAD es un bloque de cerámica de disilicato de litio ($\text{SiO} > 57\%$ en peso) para la técnica CAD/CAM. Por lo tanto, según la clasificación de las cerámicas especificada previamente, se trata de una cerámica feldespática de alta resistencia con procesado por ordenador. Estos bloques son elaborados mediante un proceso de sinterización cuyo resultado es la homogeneidad del material. En esta fase cristalina intermedia, el bloque es fácil de tallar en un equipo CAD/CAM. El color de IPS e.max[®] CAD en fase cristalina va desde el blanco, pasando por el color azul, hasta el color azul grisáceo. Este color está condicionado por la composición y la microestructura de la cerámica de vidrio. La resistencia del material es de 130 MPa en la fase intermedia. Después de tallar los bloques, se realiza la cristalización de la restauración en un horno de cerámica. El proceso de cristalización es sencillo de realizar y tiene una duración de 35 minutos. En contraste a otras cerámicas CAD/CAM, los bloques no contraen de forma significativa y no requieren complicados procesos de infiltración.

El proceso de cristalización a 850°C origina una transformación de la microestructura, durante la cual los cristales de disilicato de litio crecen de forma controlada. La contracción vinculada a este proceso es de aproximadamente un 0,2% y debe ser corregida por el software correspondiente (previamente configurado para ello) durante el proceso de tallado.

La transformación de la microestructura le aporta las propiedades físicas finales a este material, tales como la resistencia a la fractura de 360 MPa y las propiedades estéticas como el color, la translucidez y la luminosidad.

CET (100 – 400 °C) 10⁻⁶ / K	10.2
CET (100 – 500 °C) 10⁻⁶ / K	10.5
Resistencia a la flexión (MPa)*	360
Resistencia a la fractura (MPa m^{0.5})	2.25
Módulo de elasticidad (GPa)	95
Dureza Vickers (MPa)	5800
Solubilidad química (µg/cm²)*	40
Temperatura de cristalización (°C/°F)	840-850/1544-1562
*Según ISO 6872	

Tabla 3.4. Propiedades físicas del sistema IPS e.max CAD tras el proceso de cristalización.

Es importante destacar, teniendo en cuenta la naturaleza de este estudio, una serie de *contraindicaciones de manipulación* que la propia casa comercial refiere:

- No alcanzar el grosor mínimo de los conectores y de la estructura.
- Realizar la técnica de estratificación con una cerámica diferente a la indicada por esta casa comercial.
- Tallar los bloques en un sistema CAD/CAM no compatible.
- Realizar el proceso de cristalización en un horno sin calibrar, sin testar o en un horno de alta temperatura.

Este sustrato se recubre con IPS e.max[®] Ceram, cerámica de la que se hablará en el apartado de revestimientos vítreos.

3.3.1.1.3. IPS e.max[®] ZirCAD.

IPS e.max[®] ZirCAD son bloques de óxido de circonio presinterizados y estabilizados con itrio para la tecnología CAD/CAM. Después de una minuciosa sinterización, se forma un material de cerámica de óxido policristalino hecho con una



fase de óxido de circonio tetragonal (TZP). Por lo tanto, se trata de una cerámica circoniosa con procesado por ordenador.

Con una resistencia a la flexión de más de 900 MPa, el material muestra una gran resistencia a la fractura y su tenacidad es más de dos veces superior a la de la cerámica de vidrio infiltrada. En estado parcialmente sinterizado (verde), IPS e.max[®] ZirCAD se fresa fácilmente utilizando una máquina CAD/CAM. El fresado siempre se realiza con un aumento de la estructura de, aproximadamente, un 20% en el eje espacial. Gracias al controlado proceso de fabricación de los bloques, combinado con un proceso de sinterización en un horno de alta temperatura, la contracción de las estructuras, ligeramente sobredimensionadas y fresadas, se pueden controlar de tal manera que se logra una buena precisión de ajuste. En el proceso de sinterización, se consiguen las propiedades específicas finales del material de TZP. Durante el proceso se genera una estructura densificada en más de un 99%, que presenta una alta resistencia a la fractura en combinación con una alta tenacidad a la fractura como resultado de la transformación del refuerzo de los cristales ZrO₂. Como resultado, el material cumple los requisitos clínicos para resistir las fuerzas masticatorias, particularmente en los sectores posteriores, según especifica la casa comercial.

Es importante destacar, teniendo en cuenta la naturaleza de este estudio, una serie de *recomendaciones de manipulación* que la propia casa comercial refiere para conseguir el éxito de las restauraciones:

- Se deben tener en cuenta las dimensiones correctas de la estructura.
- Las estructuras IPS e.max[®] ZirCAD deben procesarse sólo con IPS e.max[®] Ceram ZirLiner.
- No se deben fresar las pastillas con sistemas no compatibles CAD/CAM.
- No se debe sinterizar el material en un horno de altas temperaturas no compatible.

CET (100 – 400 °C) $10^{-6} / K$	10.8
CET (100 – 500 °C) $10^{-6} / K$	10.8
Resistencia a la flexión (MPa)*	900
Resistencia a la fractura (MPa m ^{0.5})	6
Dureza Vickers (MPa)	13000
Estabilidad química (µg/cm ²)*	1
Temperatura de sinterización (°C)	1500
*Según ISO 6872	

Tabla 3.5. Propiedades físicas del sistema IPS e.max® ZirCAD tras el proceso de sinterización.

Este sustrato admite dos tipos de recubrimientos: la inyección de IPS e.max® ZirPress y/o el laminado de capas con IPS e.max® Ceram. En ambos casos, se debe utilizar IPS e.max® Ceram ZirLiner como cerámica de unión o "bonding" (estos procesos serán explicados en el apartado de revestimientos vítreos).

3.3.1.1.4. Lava® .

El sustrato Lava® se trata de bloques de óxido de circonio, presinterizados y estabilizados parcialmente con itrio, para la tecnología CAD/CAM. Tras el minucioso proceso de sinterización, se transforma en una estructura de óxido de circonio policristalino en fase tetragonal (3Y TZP). Por lo tanto, se trata de una cerámica circoniosa de procesado por ordenador.

La resistencia a la flexión de este material alcanza los 1.100MPa. y junto a su alta resistencia a la fractura y su tenacidad, la casa comercial la indica en estructuras para molares y puentes (se debe recordar que las fuerzas masticatorias, a nivel de premolares y molares, se estiman alrededor de los 450N; en comparación con las originadas en el sector anterior, que están en torno a los 250N).

En estado parcialmente sinterizado (verde), Lava® se fresa fácilmente utilizando una máquina CAD/CAM. El fresado siempre se realiza con un aumento de la estructura de, aproximadamente, un 20% en el eje espacial. Gracias al controlado proceso de

fabricación de los bloques, combinado con un proceso de sinterización sin presión, en un horno de alta temperatura (entre 1300°C y 1500°C), la contracción de las estructuras, ligeramente sobredimensionadas y fresadas, se puede controlar de tal manera que se logra una buena precisión de ajuste. En este proceso de sinterización, se consiguen las propiedades específicas finales del material. Durante el proceso se genera una estructura densificada en más de un 99%, que presenta una alta resistencia a la fractura en combinación con una alta tenacidad a la fractura como resultado de la transformación del refuerzo de los cristales ZrO_2 .

CET (100 – 400 °C) $10^{-6} / K$	10.2
CET (100 – 400 °C) $10^{-6} / K$	10.8
Resistencia a la flexión (MPa)*	1100
Resistencia a la fractura (MPa $m^{0.5}$)	10
Dureza Vickers (MPa)	1250
Punto de fusión (°C)	2700
Temperatura de sinterización (°C)	1500
*Según ISO 6872	

Tabla 3.6. Propiedades físicas del sistema Lava® tras el proceso de sinterización.

Es importante tener en cuenta las *recomendaciones de manipulación* que la propia casa comercial refiere para conseguir el éxito de las restauraciones y que giran en torno a la mala conducción del calor que presenta el óxido de circonio, la importancia de los ciclos de cocción lentos, el diseño de la cofia de circonio y el grosor de la cerámica de recubrimiento, la preparación de la superficie de circonio y el chorreado (aparte de un chorreado suave en las zonas separadas con fresas, no es necesario chorrear la superficie externa de las cofias de óxido de circonio) y la cocción de preparación (en el caso de Lava®, no se necesita la aplicación de una fina capa de preparación entre el sustrato de circonio y el recubrimiento, ni ningún tipo de adhesivo).

3.3.1.2. Revestimientos vítreos.

3.3.1.2.1. IPS e.max[®] Ceram.

IPS e.max[®] Ceram es una cerámica de vidrio de nano-flúor-apatita de baja fusión, con la que es posible caracterizar y aplicar en restauraciones realizadas mediante la técnica PRESS (inyección) y/o CAD/CAM. La nueva generación de materiales que contiene cristales de nano-flúor-apatita presenta una estructura vítrea similar a la del diente vital. Las propiedades ópticas están controladas por los cristales de nano-flúor-apatita con un tamaño de 100-300 nm y cristales de micro-fluorapatita con una longitud de 1-2 μm . Los cristales de apatita se encuentran en las distintas masas de IPS e.max[®] Ceram, en diferentes concentraciones, lo que permite la combinación de translucidez, luminosidad y opalescencia dependiendo de la masa de estratificación. Otra innovación de este concepto de material es IPS e.max[®] Ceram ZirLiner. Éste, según afirma la casa comercial, permite una excelente unión con la estructura de óxido de circonio y presenta una alta capacidad de transmisión de la luz unida a una alta fluorescencia. Confiere a las estructuras de óxido de circonio blancas y no muy translúcidas, un carácter cromático, nivelando así el color base de la estructura de óxido de circonio con el color de las cerámicas de vidrio IPS e.max[®] Press e IPS e.max[®] CAD. Este concepto de estratificación permite realizar restauraciones altamente estéticas, con óptima estabilidad de color sobre estructuras de cerámica de vidrio y sobre estructuras menos translúcidas de óxido de circonio.

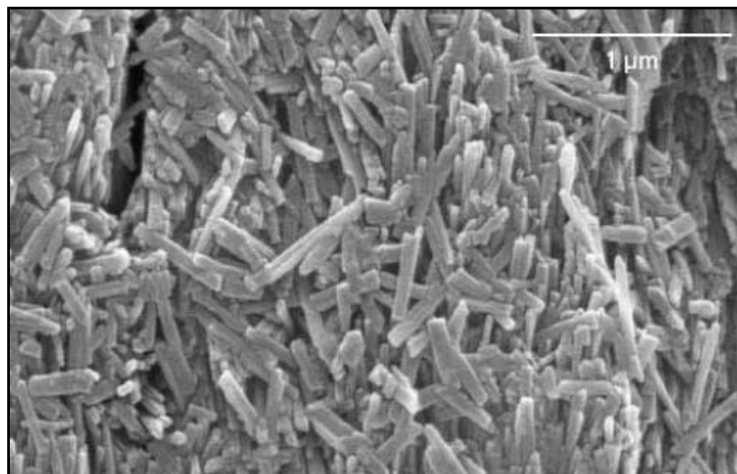


Figura 3.1. Cristales de apatita del esmalte de un diente vital (imagen cedida por Ivoclar).

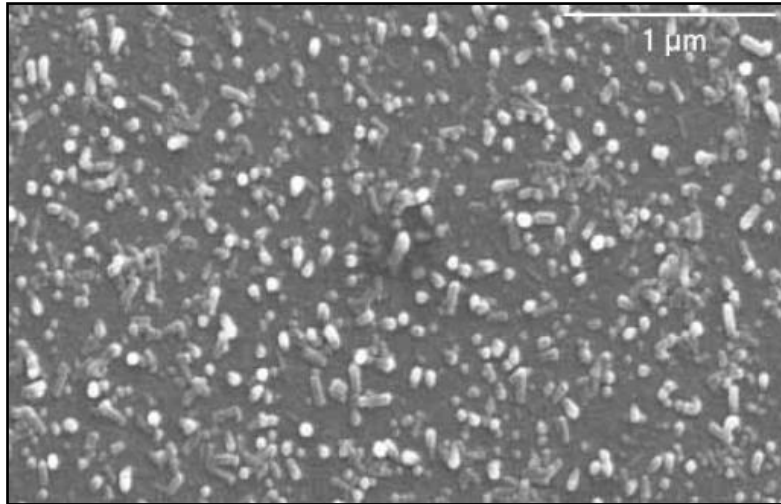


Figura 3.2. Nano-flúor-apatita del sistema IPS e.max[®] Ceram (imagen cedida por Ivoclar).

Es importante destacar, teniendo en cuenta la naturaleza de este estudio, una serie de *recomendaciones de manipulación* que la propia casa comercial refiere para conseguir el éxito de las restauraciones:

- Tener en cuenta el grosor necesario de cada capa.
- Tener en cuenta la relación del grosor de capa entre la estructura y el material de estratificación.
- No combinar IPS e.max[®] Ceram con otras cerámicas dentales.
- No colocar IPS e.max[®] Ceram sobre estructuras de óxido de circonio con un CET distinto al indicado.
- No colocar IPS e.max[®] Ceram sobre estructuras de metal-cerámica, sobre otras cerámicas inyectadas diferentes a IPS e.max[®] ZirPress, ni sobre estructuras de óxido de aluminio.
- No colocar IPS e.max[®] Ceram sobre barbotina y estructuras CAD/CAM realizadas con Vita[®] In-Ceram, ni sobre estructuras de titanio coladas o realizadas con CAD/CAM.
- No utilizar IPS[®] e.max Ceram ZirLiner y Margin sobre IPS e.max[®] Press e IPS e.max[®] CAD.

CET (100 – 400 °C) 10-6 / K	9.5
Resistencia a la flexión (MPa)*	90
Dureza Vickers (MPa)	5400
Solubilidad química (µg/cm2) *	15
Temperatura de cocción (°C)	750
*Según ISO 6872	

Tabla 3.7. Propiedades físicas del sistema IPS e.max[®] Ceram.

3.3.1.2.2. IPS e.max[®] ZirPress.

IPS e.max[®] ZirPress son pastillas de cerámica de vidrio de fluorapatita para la técnica PRESS-ON (sobreinyección). Los cristales de fluorapatita (Fig.3.3) incluidos en el material tienen tamaños diferentes por lo que controlan, de forma selectiva, la relación entre translucidez, opalescencia y luminosidad de las restauraciones. En consecuencia, se obtiene un total enmascaramiento de las estructuras de óxido de circonio menos translúcidas. La técnica PRESS-ON le permite beneficiarse de la técnica PRESS (ajuste) y de la técnica CAD/CAM (manipulación de óxido de circonio). IPS e.max[®] ZirPress se puede inyectar sobre piezas individuales y estructuras para puentes de óxido de circonio (IPS e.max[®] ZirCAD). Se requiere poco tiempo y esfuerzo para inyectar las pastillas IPS e.max[®] ZirPress sobre las estructuras o cofias utilizando la técnica de inyección. Las pastillas pueden utilizarse para crear restauraciones totalmente anatómicas o como núcleo de dentina. Las estructuras sobre las que se ha inyectado IPS e.max[®] ZirPress presentan hombros de cerámica más exactos y resistentes a las posteriores cocciones. Las restauraciones pueden caracterizarse o blindarse con el material IPS e.max[®] Ceram. Así se obtienen restauraciones sobre estructuras de óxido de circonio estéticas y funcionales.

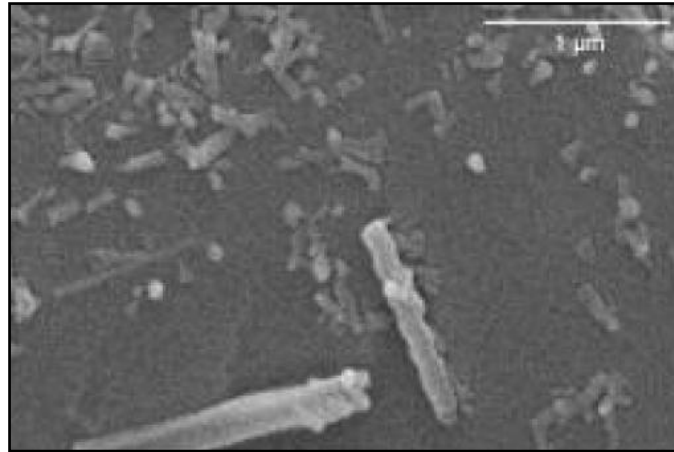


Figura 3.3. Fluorapatita del sistema IPS e.max[®] ZirPress (imagen cedida por Ivoclar).

Es importante destacar, teniendo en cuenta la naturaleza de este estudio, una serie de *recomendaciones de manipulación* que la propia casa comercial refiere para conseguir el éxito de las restauraciones:

- Tener en cuenta el grosor mínimo necesario para los conectores y para la estructura de IPS e.max[®] ZirCAD.
- IPS e.max[®] ZirPress no se puede inyectar sin utilizar previamente IPS e.max[®] Ceram ZirLiner sobre la estructura de óxido de circonio.
- No utilizar otras cerámicas de estratificación excepto IPS e.max[®] Ceram.
- Las pastillas de IPS e.max[®] ZirPress no deben inyectarse sin estructuras de óxido de circonio (a excepción de las carillas).
- El grosor de las estructuras y de la cerámica inyectada no debe ser inferior al mínimo requerido.
- No inyectar sobre estructuras de metal.
- No utilizar las pastillas IPS Empress[®] Cosmo para la técnica de sobreinyección.
- No inyectar sobre otras estructuras de óxido de circonio que no cumplan las especificaciones del fabricante respecto al grosor mínimo de estructura y conector.

CET (100 – 400 °C) 10-6 / K	9.8
Resistencia a la flexión (MPa)*	110
Dureza Vickers (MPa)	5400
Estabilidad química (µg/cm2) *	30
Temperatura de inyección (°C)	900-910
*Según ISO 6872	

Tabla 3.8. Propiedades físicas del sistema IPS e.max® ZirPress.

3.3.1.2.3. Lava® Ceram.

Desarrollado como parte del Sistema Lava®, la superposición de porcelana Lava® Ceram, es la elección para este tipo de sustratos. Se trata de una cerámica aluminosa de recubrimiento, cuyo coeficiente de expansión térmica está adaptado al del óxido de circonio del sustrato Lava®. Estas cerámicas son altamente estéticas, con una translucidez similar a la del diente natural.



Figura 3.4. Puente del Sistema Lava® acabado.

En el caso de otros productos, los técnicos de laboratorio suelen aplicar una capa fina de porcelana de dentina para asegurar la vitrificación de la porcelana o mejorar la adhesión mecánica entre la cofia de zirconio y la cerámica de recubrimiento. Los protésicos, a menudo, cuecen esta capa muy fina entre 15°C y 20°C por encima de lo que indican las especificaciones normales de cocción de la porcelana. Algunos han recomendado cocer esta capa a temperatura aún más elevada, 50-80°C más alta de la

citada en las especificaciones. Este paso es considerado innecesario en el caso de usar óxido de circonio Lava® con porcelana Lava® Ceram. De igual forma, tampoco es necesario utilizar ningún adhesivo entre el sustrato y el recubrimiento. Ésta es una diferencia importante con respecto al resto de los grupos de este estudio.

CET (100 – 400 °C) 10-6 / K	10
Resistencia a la flexión (MPa)*	100
Tamaño del grano D50 (µm)	25
Temperatura de cocción (°C)	810
* Según ISO 6872	

Tabla 3.9. Propiedades físicas del sistema Lava® Ceram.

La casa comercial cita como *indicaciones* de este material, coronas y puentes tanto de sectores anteriores como posteriores.

3.3.1.3. Grupos control.

3.3.1.3.1. Tilite®.

Se trata de una *aleación no noble* para núcleos de rehabilitaciones ceramometálicas.

Este tipo de aleaciones suponen una alternativa al empleo de las aleaciones nobles, por su menor coste y sus buenas propiedades mecánicas: fuerza y dureza elevadas, mayor temperatura de fusión y menor distorsión durante la cocción de la cerámica.

Las *aleaciones de Titanio* se empezaron a utilizar para la fabricación de los implantes dentales (Titanio tipo IV, según la ASTM (American Society of Testing and



Materials)), pero su aplicación se ha ampliado a la prótesis fija (Titanio tipo II, según la ASTM) y removible. Parecen ser la alternativa más prometedora a los metales nobles.

La *composición* exacta de esta aleación es: Ni (72 %), Cr (14,5 %), Mo (9 %) y Ti (4 %).

Hoy en día existe una gran preocupación por el *contenido de Níquel en las aleaciones dentales*. En la fórmula planteada anteriormente, el contenido en Níquel está fusionado con el Cromo y el Molibdeno, por lo que el Níquel se transforma en un compuesto inter-metálico inofensivo, según especifica la casa comercial. De esta forma, las aleaciones Tilite[®] de Talladium están aprobadas por la FDA, tienen la Certificación ISO 9002 y han obtenido la marca CE.

Está *indicado* para todos los trabajos ceramometálicos, puentes, coronas, supraestructuras para implantes y trabajos de fresado.

Para la realización del *recubrimiento cerámico*, la casa comercial de esta aleación aconseja seguir las instrucciones de uso de los fabricantes de las cerámicas de recubrimiento; teniendo en cuenta que el enfriamiento de la estructura, después de la cocción de cerámica, se debe efectuar en función del CET de dicha cerámica. Por otro lado, existen cuatro tipos de aleaciones de titanio de este fabricante, cuya diferencia fundamental son los CET; de tal forma que, en función del CET de la cerámica de recubrimiento que se vaya a utilizar, se elige un tipo u otro de Tilite[®].

	<i>Star</i>	<i>Premium</i>	<i>"V"</i>	<i>Omega</i>
Color	Plata	Plata	Plata	Plata
C.T.E. 500°C	14.5	14.0	13.6	13.2
C.T.E. 600°C	14.6	14.1	13.7	13.4
Intervalo Fusión (°C)	1204-1302	1204-1302	1204-1302	1204-1302
Temp. Fusión	1329 °C	1329 °C	1329 °C	1329 °C
Dureza Brinell	205	215	225	240
Elongación	12%	11%	10%	8%
Peso específico	7.7	7.7	7.7	7.7
Elasticidad	115.000 psi	96.000 psi	98.000 psi	100.000 psi
Dureza rotura	155.000 psi	154.000 psi	148.000 psi	135.000 psi

Tabla 3.10. Propiedades físicas de los cuatro tipos de Tilitite[®] con diferentes CET.

3.3.1.3.2. Cerapall[®].

Se trata de una *aleación noble* para núcleos de rehabilitaciones ceramometálicas, a base de Paladio.

Su *composición* exacta es: Au (6.1%), Pd (75%), Ag (6.4%), In (5.9%), Ga (6%) y Sn.

Está *indicado* para todos los trabajos ceramometálicos, técnica oro-resina, puentes, coronas, supraestructuras para implantes y trabajos de fresado.

Densidad (g/cm³)	11.6
Intervalo de fusión	1500-1320°C
CET	13.8 (25-500°C) 14.1 (20-600°C)
Módulo de elasticidad (MPa) *	115
Límite elástico 0,2% MPa *	510
Dureza Vickers (HVS)*	240
Temperatura de fundición (°C)	1450
Alargamiento % *	35
*Estas indicaciones son valores medios de medidas obtenidas bajo condiciones exactamente definidas y normalizadas. Diferencias de +/- 10% son posibles y normales.	

Tabla 3.11. Propiedades físicas del sistema Cerapall®.

Para conseguir la *capa superficial de oxidación* se debe mantener 10 minutos, sin vacío, a 950°C. Seguidamente se deja enfriar al aire libre y el armazón adquiere entonces un color gris uniforme.

Para la realización del *recubrimiento cerámico*, la casa comercial de esta aleación aconseja seguir las instrucciones de uso de los fabricantes de las cerámicas de recubrimiento; teniendo en cuenta que el enfriamiento de la estructura, después de la cocción de cerámica, se debe efectuar en función del CET de dicha cerámica. Otra consideración es que, para todas las masas de pasta opáquer, se aconseja un presecado de, aproximadamente, 10 minutos (entre 300 y 400 °C). Las cerámicas de recubrimiento indicadas para este sustrato son: Carat®, IPS d.SIGN®, Omega® 900 y Vintage® Halo.

3.3.1.3.3. Revestimiento vítreo IPS d.SIGN®.

Se trata de una cerámica de vidrio de fluorapatita, reforzada con leucita. Contiene iones de flúor que le proporcionan una elevada resistencia química. De esta forma, debido a su composición, posee muy buenas características ópticas (brillo, luminosidad, estabilidad cromática y fluorescencia natural).

Por otro lado, su tipo de estructura muestra buenas capacidades de pulido y provoca una reducida abrasión en los antagonistas, según especifica la casa comercial. Posee una buena estabilidad y cuece a una temperatura inferior a 900°C.

El CET de esta cerámica es de $12,0-12,6 \times 10^6 \text{ K}^{-1}$, siendo compatible con los rangos de CET de las diferentes aleaciones metálicas que van desde $13,8$ a $14,8 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$.

Las principales *indicaciones* de este material son: recubrimientos ceramometálicos y carillas realizadas sobre muñones refractarios. La única *contraindicación* posible se debe a la existencia de alergia a alguno de los componentes de esta cerámica.

CET (100 – 400 °C) 10⁻⁶ / K	12
Resistencia a la flexión (MPa)*	90
Dureza Vickers (MPa)	5400
Temperatura de cocción (°C)	8700
* Según ISO 6872	

Tabla 3.12. Propiedades físicas del sistema IPS d.SIGN®.

3.3.2 Difracción de Rayos X

El examen mineralógico se realizó mediante difracción de rayos X (DRX). Este método es el más adecuado para identificar los distintos componentes presentes en una cerámica porque cada fase cristalina produce un diagrama propio (difractograma),

independiente de las otras fases. De este modo, se consigue un análisis químico detallado del material. El fundamento de esta técnica es la interacción de los átomos o moléculas (estructura cristalina) que forman un sólido con una fuente de rayos X¹.

La DRX se basa en la dispersión coherente del haz de rayos X, de la materia y en la interferencia constructiva de las ondas que están en fase y que se dispersan en determinadas direcciones del espacio tridimensional¹.

El fenómeno de la difracción puede describirse por la Ley de Bragg, que predice la dirección en la que se da la interferencia constructiva entre los haces de rayos X dispersados coherentemente por un cristal: $n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin\theta$ ($n = 1,2,3,\dots$), donde λ es la longitud de onda, d es la distancia interplanar y θ es el ángulo de difracción¹⁸⁴.

Aunque la intensidad de los picos puede variar en una misma muestra, dependiendo de la preparación, de las posibles orientaciones y de las condiciones instrumentales; la posición e intensidad de las radiaciones registradas son características de cada sustancia. Es decir, el diagrama de difracción (difractograma) de una sustancia es característico de la disposición u ordenación de los átomos que la componen. La señal de difracción emitida por un sólido cristalino es una huella de su estructura y la intensidad de las líneas de difracción está en función de la concentración de las diferentes fases cristalinas. Comparando los difractogramas experimentales con los patrones de difracción registrados en las diferentes bases de datos existentes (CSD, ICSD, CDD, etc) se puede llevar a cabo la identificación de las fases cristalinas existentes en la muestra.

Se empleó un difractómetro D5000[®] (Siemens) con un generador Kristalloflex 710, controlado informáticamente mediante el software Diffract/AT 6.0 (Fig. 3.5). Se trabajó con la radiación $K\alpha_{1,2}$ del cobre ($\lambda=1.5460 \text{ \AA}$), monocromador de grafito secundario y colimador de 0.1 mm. Los datos se registraron con una geometría vertical Bragg-Brentano ($\theta/2\theta$) (modo de reflexión plana) entre los valores 2° y $80^\circ 2\theta$, con una velocidad de barrido de $2^\circ/\text{min}$. Las muestras se mantuvieron rotando a 30 rpm. para evitar efectos de orientación preferente. El tubo generador de rayos X operó con un voltaje de 50 kV. y una intensidad de 30 mA.



Figura 3.5. Imagen del Difractómetro Siemens D5000.

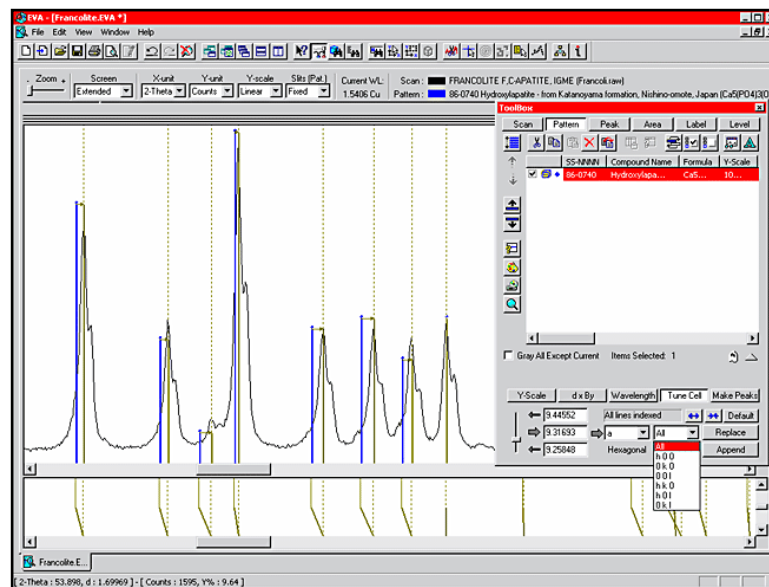


Figura 3.6. Imagen obtenida con el programa Diffract/AT acoplado al difractómetro.

La presentación de las muestras para ser sometidas a la DRX depende de su naturaleza. Las porcelanas de recubrimiento fueron analizadas con un tamaño de partícula de 10-20 micras. Para el análisis de los sustratos se fabricaron dos bloques de 15 x 10 x 1 mm. (largo, ancho y alto, respectivamente) con una superficie plana para evitar distorsiones (Fig. 3.7)¹⁸⁵.

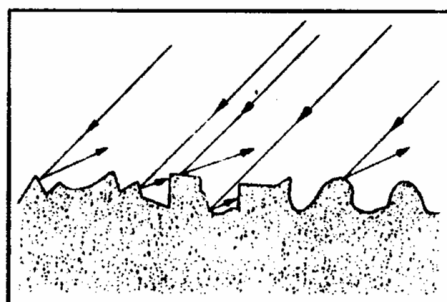


Figura 3.7. Ejemplo de una muestra con superficie irregular que da lugar a un resultado de DRX equívoco (imagen cedida por el Instituto de Cerámica y Vidrio del Consejo Superior de Investigaciones Científicas).

3.3.3. Microscopía de Calefacción

Para realizar esta parte de la investigación se empleó un microscopio óptico de alta temperatura (microscopio de calefacción-dilatómetro óptico) de visión lateral EM201, equipado con un sistema computerizado de análisis de imágenes y un horno eléctrico 1750/15 Leica (Leica HR 18-Hesse Instruments), cuya temperatura máxima de trabajo es de 1700 °C. Se puede trabajar en aire, con vacío (con bomba rotatoria de vacío) o con flujo de gases (N₂, Ar, etc).

La descripción genérica del equipo de microscopía de calefacción y su funcionamiento se observan en las siguientes figuras (Figs. 3.8 y 3.9)

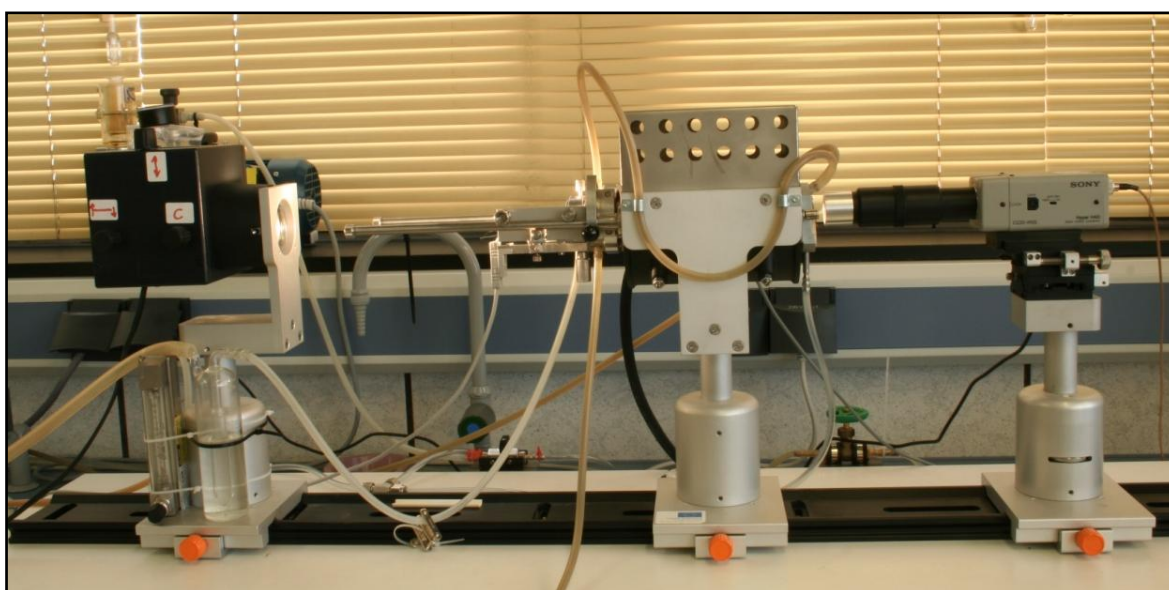


Figura 3.8. Imagen del microscopio de calefacción.

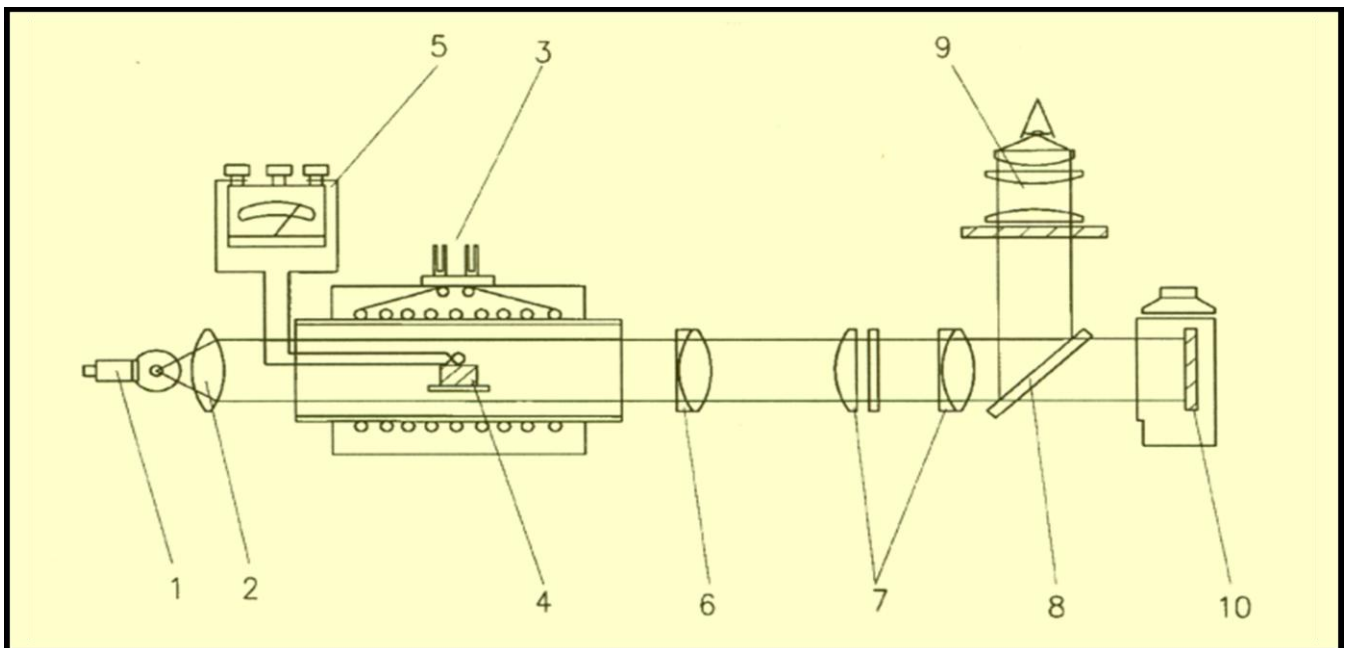


Figura 3.9. Esquema simplificado del funcionamiento de un microscopio de calefacción: (1) fuente de luz, (2) lente condensadora, (3) horno eléctrico, (4) muestra y termopar, (5) controlador de temperatura, (6) objetivo, (7) ocular, (8) espejo rotatorio que permite la observación visual o la grabación de la imagen, (9) montaje óptico para inspección visual, (10) sistema de grabado de imagen (foto o videocámara).

El microscopio proyecta la imagen de la muestra a través de una ventana de cuarzo y sobre el sistema de análisis. El sistema graba y analiza de forma automática los cambios geométricos que sufren las muestras durante el calentamiento, teniendo en cuenta la expansión térmica del sustrato y tomando la base como referencia. El software EMI 2V 2.3. (Rohdef and Schwarz) calcula el porcentaje de disminución en altura, anchura y superficie de las muestras (Fig. 3.10).



Figura 3.10. Sistema de análisis del microscopio de calefacción.

Las temperaturas correspondientes a los puntos característicos de viscosidad (inicio de contracción, máxima contracción, reblandecimiento, media esfera y fluido) se registran mediante fotomicrografías durante el tratamiento térmico (Fig. 3.11).

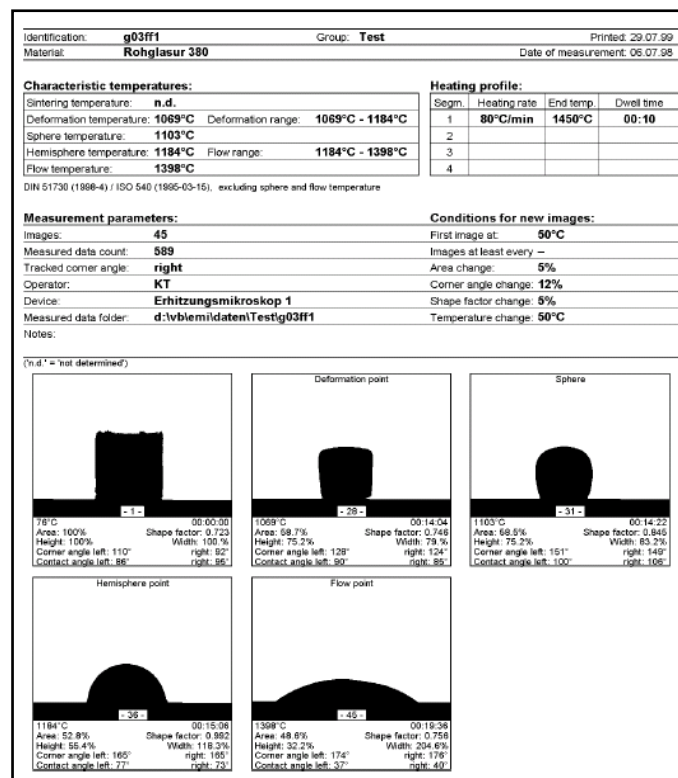


Figura 3.11. A typical series of video images showing the evolution of a sample with increasing temperature in a heating microscope. The characteristic viscosity points were determined on the basis of modifications of the shape of the veneer sample leading to changes on the height and on the contact angle with the core substrate. The characteristic temperatures were: Sintering point (a): the temperature corresponding to 5% contraction of the sample initial height; Deformation point (b): temperature for which round edges were visible; Sphere point (c): temperature for which the probe appeared like a sphere; Hemisphere point (d): temperature for which the height is half of the base; Flow point (e): temperature for which the sample is melted down to 1/3 of its initial height.

En el presente estudio, para realizar la microscopía de calefacción se fabricaron tres bloques de 15 x 10 x 1 mm. (largo, ancho y alto, respectivamente) de cada uno de los sustratos. El proceso se iniciaba compactando el polvo de cada una de las porcelanas de recubrimiento en forma de cilindros, de 4 mm de altura y 3 mm de diámetro, mediante un proceso de prensado en frío. Seguidamente, cada cilindro de recubrimiento se colocaba sobre su correspondiente bloque de sustrato (Fig. 3.12).

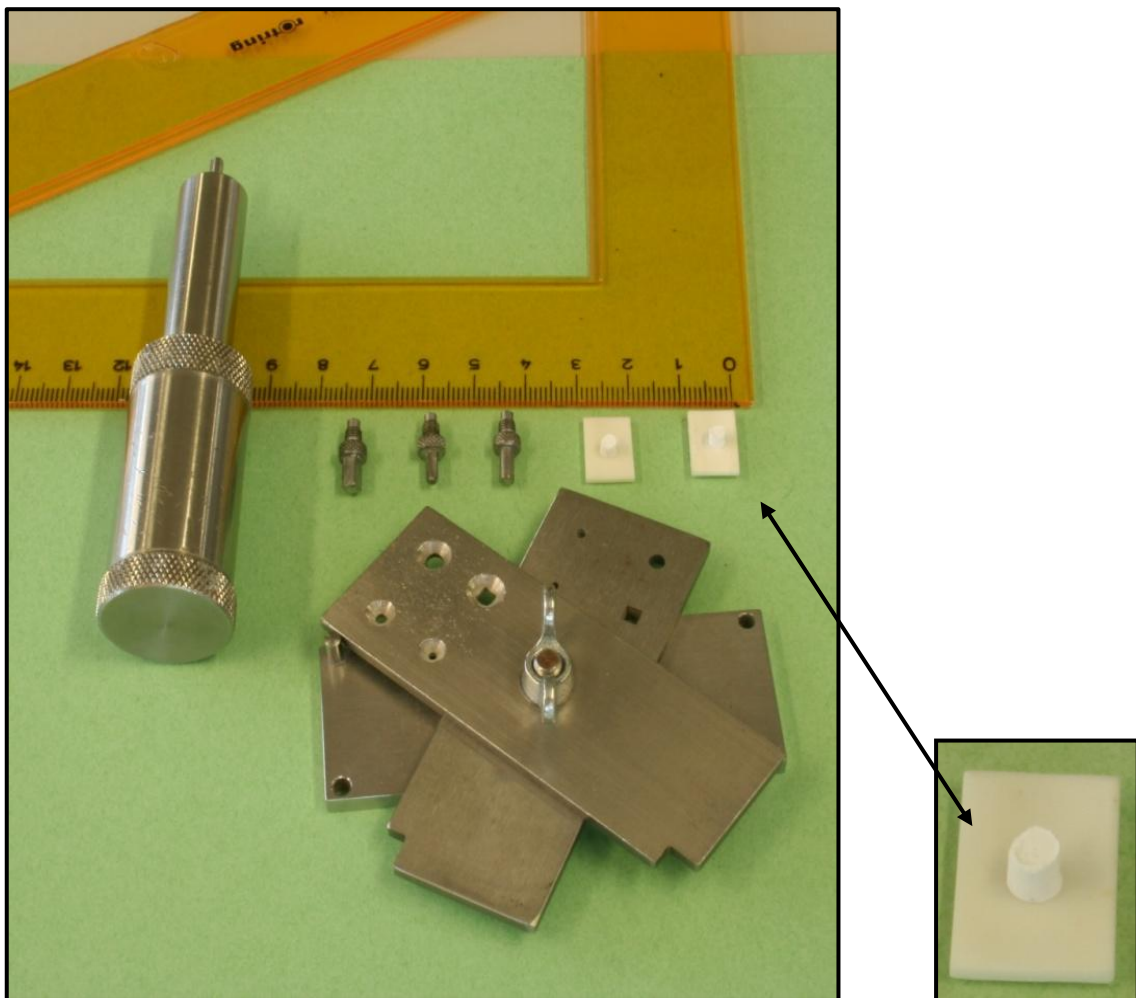


Figura 3.12. Confección de las muestras para la microscopía de calefacción.

Una vez preparada la muestra, ésta se colocaba en el soporte del microscopio para proceder a su calentamiento siguiendo el ciclo de cocción recomendado por el fabricante. Los tratamientos térmicos empleados para de cada una de las porcelanas de recubrimiento están reflejados en la Tabla 3.13.

	Tª. INICIAL	→ (min.)	↗ (min.)	↗ (°C/min.)	Tª. FINAL	→ (min.)	VACIO (min.)
IPS e.max Ceram	600° C	1	27	20	1140° C	30	33
Lava Ceram	600° C	1	27	20	1140° C	30	33
IPS d.Sign	600° C	1	27	20	1140° C	30	33

Tabla 3.13. Ciclos de cocción empleados en cada grupo experimental.

A medida que el microscopio de calefacción reproducía el tratamiento térmico, se registraban los cambios geométricos que sufría la porcelana de recubrimiento mientras iba mojando al sustrato (Figs. 3.13 y 3.14).

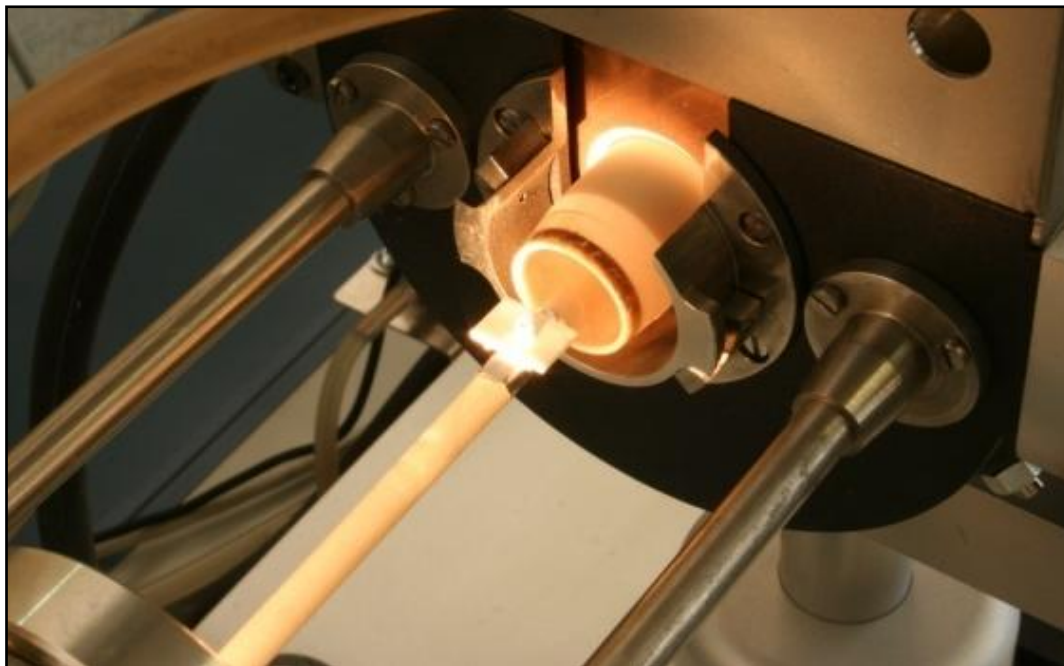


Figura 3.13. Soporte del microscopio de calefacción sobre el que se coloca la muestra.



Figura 3.14. Microscopio de calefacción en funcionamiento.

Con el objetivo de mejorar la mojabilidad de las porcelanas de recubrimiento elevando las temperaturas de cocción, se procedió a determinar, mediante microscopía de calefacción y siguiendo las normas ISO DIN 51730 1984, ISO 540 1995-03-15 y DIN 51730 1998-04, los puntos de fusión de los distintos materiales empleados en cada grupo experimental; a excepción de los núcleos de óxido de circonio ya que su punto de fusión (2680° C) supera la temperatura que puede alcanzar el microscopio de calefacción

Tras conocer la temperatura de fusión de las muestras, se realizaron nuevos análisis de microscopía de calefacción con la metodología anteriormente descrita pero modificando los ciclos térmicos recomendados por los fabricantes, elevando la temperatura máxima, para valorar si la mojabilidad de las porcelanas de recubrimiento mejoraba.

Una vez realizadas las pruebas de microscopía de calefacción, las muestras fueron observadas al microscopio óptico y al microscopio electrónico de barrido. Para ello, fue necesario una preparación previa de las muestras:

1. Embutido: Las muestras se embutieron en una mezcla de resina epoxy (Epofix Resin, EPOES) de fraguado a temperatura ambiente y endurecedor (Epofix,

EPOAR) con una relación en volumen de 8:1. Tras la mezcla, se realiza un vacío para evitar la formación de burbujas en el interior de la resina y asegurar su penetración en la estructura porosa de la muestra, evitando así el posible arranque del material durante el pulido.

2. Desbastado: Tanto en el desbastado como en el pulido, se utilizó una pulidora automática Phoenix 4000 (Buehler). En primer lugar, se realizó un desbastado grueso con un disco de diamante de 40 μm , utilizando alcohol etílico como lubricante, ya que las muestras a estudiar no debían de hidratarse. Con el fin de favorecer el desbastado, el brazo giratorio de la pulidora y el paño de desbastado giran en distinto sentido (200 rpm) y prácticamente no se aplica presión a las muestras. A continuación, se trataron con dos lijas de SiC con tamaño de grano de 1200 y 2500 μm , de manera que las muestras quedasen listas para pulir.
3. Pulido: Las muestras fueron pulidas en el mismo equipo donde se realizó el desbastado y se llevó a cabo en diferentes etapas. Primero, se pulieron las muestras con paños de diamante de 6, 3 y 1 μm , a los cuales se les añadió spray de diamante del tamaño de grano adecuado. En algunos casos, se utilizó como lubricante una mezcla comercial de alcohol con aceite y, en otros casos, sólo alcohol etílico. Posteriormente, se seleccionó una leve presión en la pulidora y, en este caso, el brazo de la pulidora y los paños, giraban en el mismo sentido para favorecer el pulido. Finalmente, el pulido final se realizó utilizando una suspensión acuosa de óxido de cerio, sobre paños de seda, realizando una presión suave sobre las muestras.

3.3.4. Ensayos de indentaciones estáticas

En el presente estudio, para analizar la estabilidad mecánica de la interfase recubrimiento-núcleo se realizaron diversos ensayos de indentaciones estáticas. Estas técnicas consisten en analizar la huella que deja un diamante facetado sobre la superficie de una muestra perfectamente pulida y paralela.

Para esta fase de la investigación, se confeccionaron cinco bloques de 15 x 10 x 1 mm. (largo, ancho y alto, respectivamente) de cada uno de los sustratos. Seguidamente, un técnico de laboratorio aplicó de forma convencional en cada bloque una capa de la porcelana de recubrimiento correspondiente, con un espesor aproximado de 1.5 mm, siguiendo las instrucciones recomendadas por el fabricante. Alternativamente, en el grupo Zr CAD / Zr Press, la cerámica de recubrimiento IPS e.max[®] ZirPress fue inyectada sobre los bloques de óxido de circonio.

Tras la confección de los especímenes en el Laboratorio del Departamento de Prótesis Bucofacial de la Universidad Complutense de Madrid, éstos fueron cortados en sección siguiendo su eje longitudinal (Fig. 3.15).

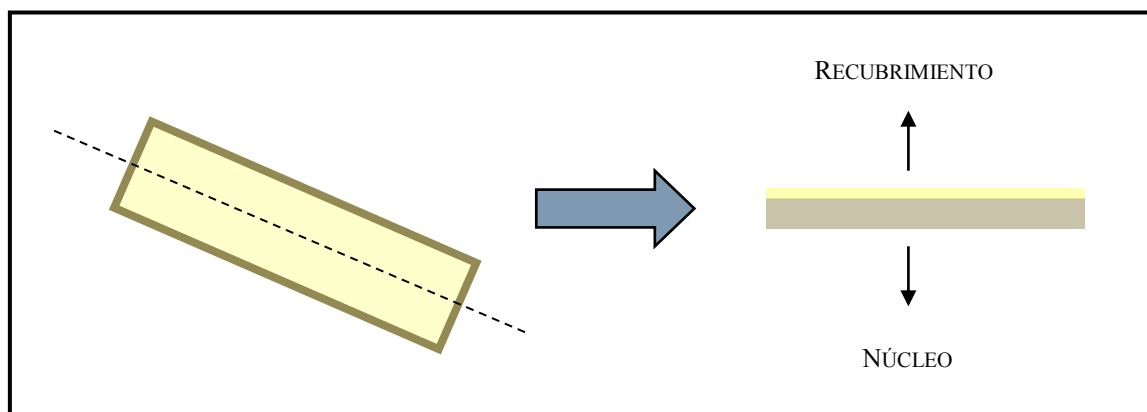


Figura 3.15. Esquema de la sección de las muestras para realizar las indentaciones.

Los cortes se realizaron con una microcortadora Isomet (Buehler) con un disco circular diamantado de 0.3mm de espesor y usando alcohol etílico como lubricante. Con el objetivo de deteriorar lo menos posible las muestras, los cortes se realizaron a baja velocidad y ejerciendo poca presión.

Una vez cortadas las muestras, éstas fueron embutidas, desbastadas y pulidas, siguiendo la sistemática descrita en el apartado anterior, hasta dejarlas de manera óptima para realizar las indentaciones estáticas (Fig. 3.16).



Figura 3.16. Muestra N° 2 del Grupo Zr CAD/Ceram embutida, desbastada y pulida.

Las indentaciones se realizaron con tres límites de carga y en diferentes zonas de las muestras:

- Baja carga (1Kg): Estas indentaciones se realizaron en el recubrimiento de las probetas, en la interfase (con la mitad de la indentación en el núcleo y la otra mitad en el recubrimiento) y en los núcleos de los grupos DL Press/Ceram y DL CAD/Ceram. En los grupos con núcleos de óxido de circonio, estas cargas no se realizaron porque eran insuficientes para generar grietas.

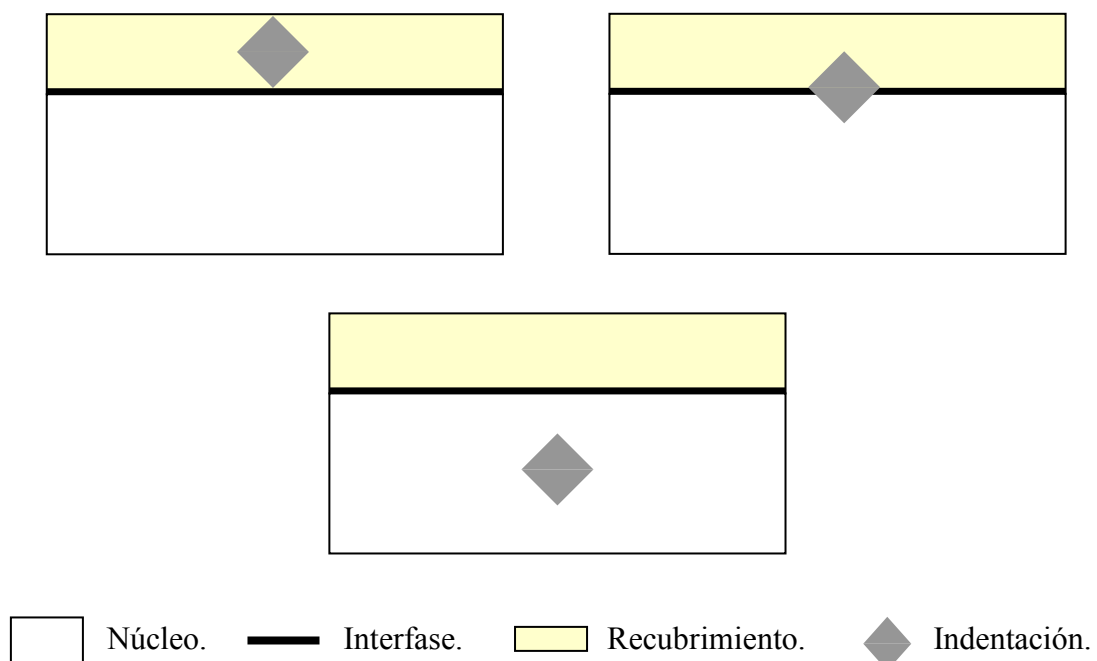


Figura 3.17. Localización de las indentaciones de baja carga.

- Media carga (30Kg): Estas indentaciones se aplicaron solamente a los núcleos de los grupos de disilicato de litio y de óxido de circonio.
- Alta carga (50Kg): Estas indentaciones se realizaron solamente en los núcleos de los grupos de óxido de circonio. Estas cargas no se aplicaron a los núcleos de disilicato de litio puesto que eran excesivas para dicho material.

Si tenemos en cuenta la clasificación de las indentaciones en función de la carga aplicada, que se ha descrito en la introducción, las indentaciones realizadas en este estudio eran microindentaciones.



Figura 3.18. Indentómetro Vickers M-400-G2 (Marca Leco) utilizado en el presente estudio.

Una vez realizadas las microindentaciones, las muestras fueron observadas mediante microscopía óptica y electrónica de barrido, registrando informáticamente y analizando, en detalle, la progresión de las grietas originadas por el penetrador Vickers.

Para el análisis y la interpretación de los resultados obtenidos con esta prueba, cabe mencionar que las grietas que se generan tras la aplicación de una carga, siempre siguen el recorrido que menor resistencia les ofrece. De esta forma, **si la interfase sustrato-recubrimiento no es de buena calidad**, ofrece poca resistencia al avance de las grietas y, por lo tanto, éstas discurren a través de dicha interfase sin ningún problema (Fig. 3.19). Por el contrario, **si la interfase sustrato-recubrimiento es de buena**

calidad, la grieta encuentra un obstáculo para su progresión y, o bien se detiene sin avanzar más, o bien busca otro camino que le ofrezca menor resistencia que la interfase, atravesándola o retrocediendo, pero nunca avanzando a través de ella (Fig. 3.20).

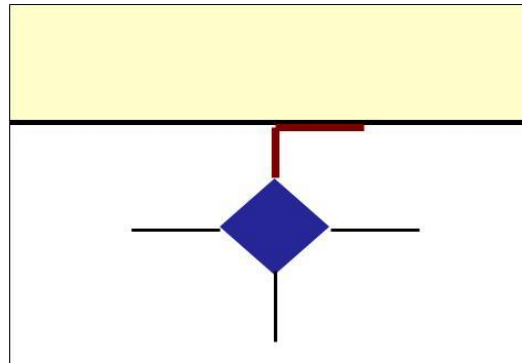


Figura 3.19. Esquema de la progresión de la grieta en una interfase de mala calidad.

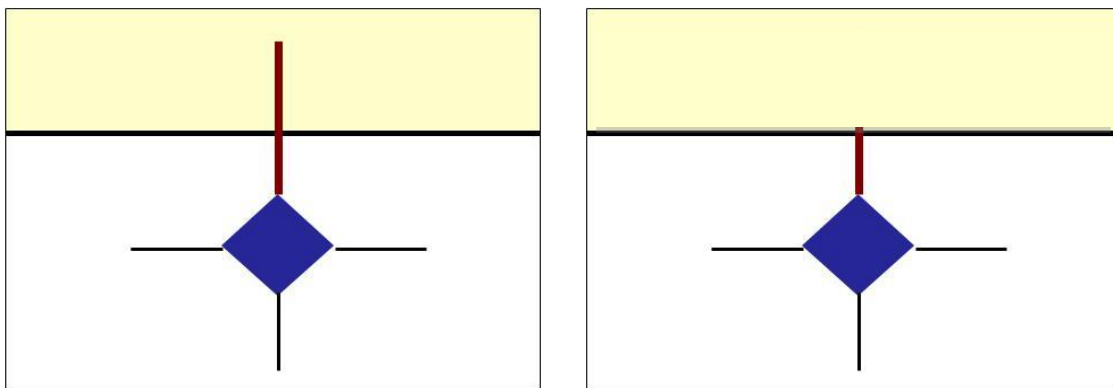


Figura 3.20. Esquemas de la progresión de la grieta en una interfase de buena calidad.

3.3.5. Microscopía Óptica de Luz Reflejada

Todas las muestras fueron observadas al microscopio óptico de luz reflejada (MOLR). En los especímenes procedentes de la microscopía de calefacción, se analizó el tipo de interfase existente entre el núcleo y el recubrimiento de cada grupo; y en las muestras procedentes de las microindentaciones, se observó el recorrido de las grietas originadas por el indentómetro Vickers.

Esta técnica es apropiada para examinar la superficie de materiales, especialmente de aquellos que son opacos, así como para observar las fases cristalinas y vítreas, porosidades del material, posibles heterogeneidades, etc. En el presente estudio se utilizó un microscopio óptico H-P1 (Carl Zeiss) (Fig. 3.21), que permite trabajar con luz polarizada y que tiene acoplado una cámara fotográfica y un equipo automático de videoprinter. Con este microscopio óptico podíamos observar partículas de pocos micrómetros de diámetro ($1 \mu\text{m} = 10^4 \text{ \AA} = 10^{-3} \text{ mm}$) con grandes aumentos. El límite de este equipo se alcanzaba cuando el tamaño de partículas se aproximaba a la longitud de onda visible de 0,4 a 0,7 μm . Por ello, para analizar tamaños submicrónicos, fue necesario el uso de un microscopio electrónico.



Figura 3.21. Microscopio óptico H-P1 (Carl Zeiss) utilizado en el presente estudio

3.3.6. Microscopía Electrónica de Barrido

La microscopía electrónica de barrido (MEB) ofrece una mayor resolución, ampliación, profundidad de campo y, en general, mayor versatilidad que los microscopios ópticos. Por lo tanto, ésta es una técnica que permite obtener información de la muestra analizada, cubriendo el rango entre la microscopía óptica y la microscopía de transmisión ($\sim 1\mu\text{m}$ a 0,1 nm).

Hoy en día, la microscopía electrónica de barrido se ha convertido en una técnica muy valiosa para el estudio de los materiales porque permite analizar con

precisión su morfología y composición química. En este microscopio, un haz de electrones enfocado por lentes electromagnéticas a través de una columna con alto vacío, se proyecta sobre la superficie de la muestra donde los electrones rebotan o provocan la emisión de electrones secundarios. Estos electrones reflejados y/o retrodispersados son recogidos por unos detectores y proyectados sobre un monitor que proporciona una imagen tridimensional del objeto (Fig. 3.22).

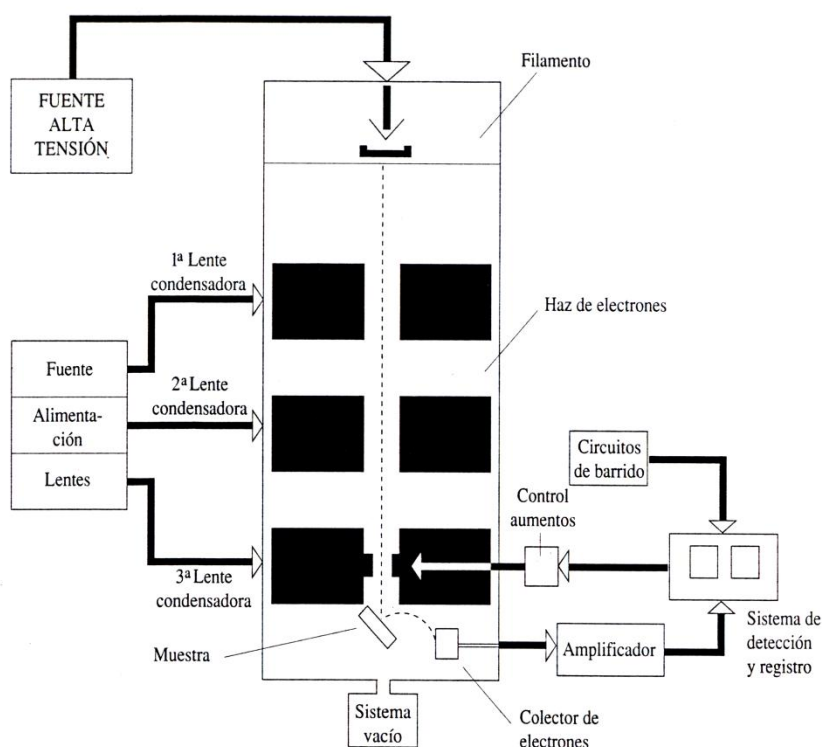


Figura 3.22. Esquema de los principales componentes de un MEB.

Para estudiar nuestras restauraciones utilizamos el microscopio electrónico TM-1000 (Hitachi) del Instituto de Cerámica y Vidrio, entidad dependiente del Consejo Superior de Investigaciones Científicas (Fig. 3.23). Este equipo tiene una capacidad de magnificación que oscila entre 15-300.000 aumentos, posee un poder de resolución de 1,5 nm. y trabaja con voltajes de aceleración variables entre 0,5-40 kV (Fig. 3.24).

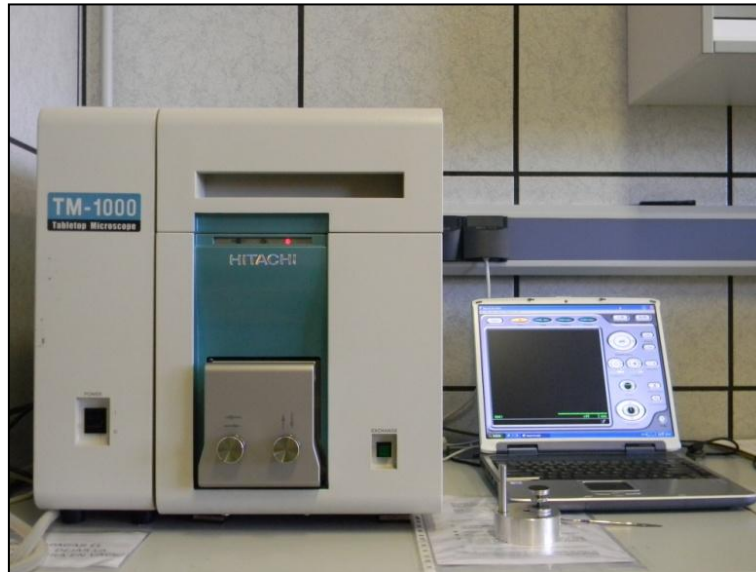


Figura 3.23. Microscopio electrónico de barrido TM-1000.

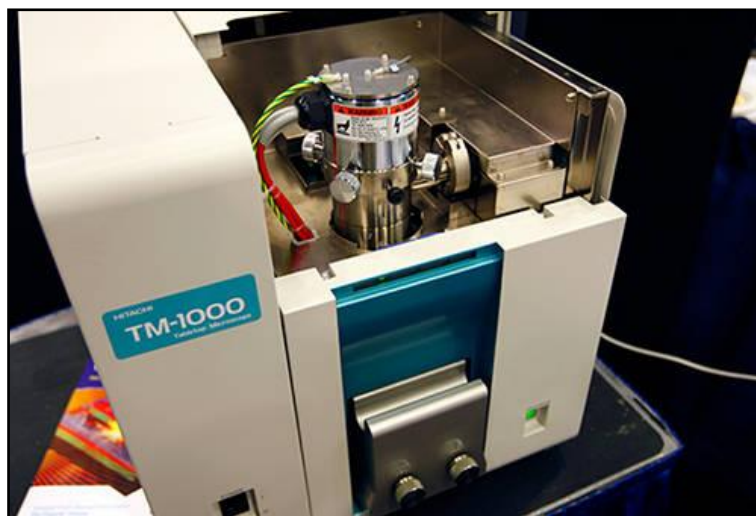


Figura 3.24. Muestra posicionada en la cámara del microscopio.



IV

Resultados

4. 1. Caracterización de los materiales por técnica de Difracción de Rayos X (DRX)

A continuación se presentarán los resultados de la caracterización preliminar mediante DRX de todos los materiales utilizados en esta investigación, divididos en: sustratos cerámicos, recubrimientos vítreos, grupos control y capas intermedias. De esta forma, se analizará su composición y microestructura.

4.1.1. Sustratos cerámicos.

4.1.1.1. IPS e.max[®] Press.

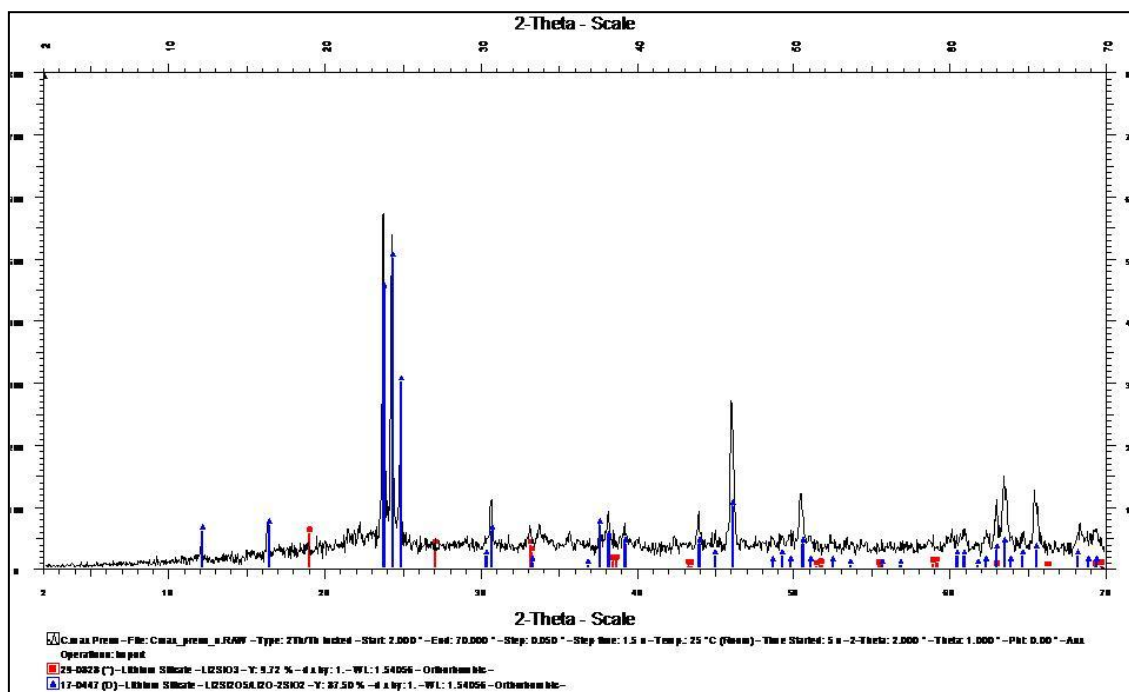


Figura 4.1. Composición de IPS e.max[®] Press por DRX. Imagen obtenida con el programa Diffract/AT acoplado al difractor.

El material cerámico IPS e.max[®] Press, está constituido por cristales de Li₂SiO₅ en una matriz vítrea que también contiene algunos cristales de Li₂SiO₃. Esta composición, obtenida a través de DRX, coincide con la especificada por la casa comercial Ivoclar.

4.1.1.2. IPS e.max[®] CAD.

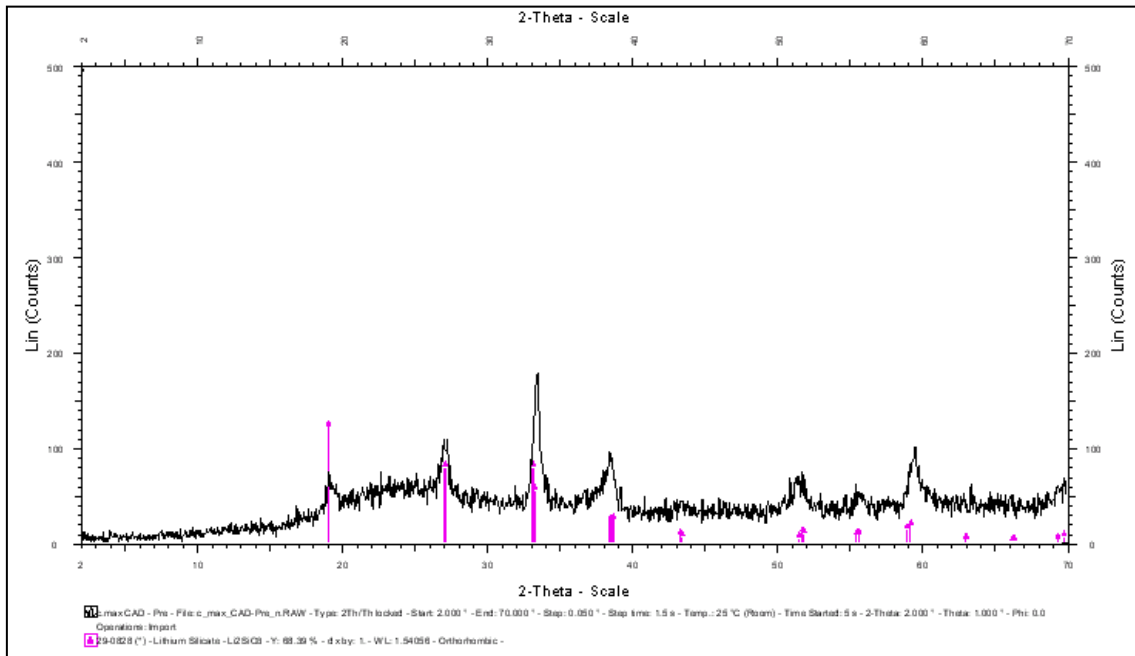


Figura 4.2. DRX de IPS e.max[®] CAD antes del tratamiento térmico. Imagen obtenida con el programa Diffract/AT acoplado al difractómetro.

El material vitrocerámico IPS e.max[®] CAD antes del tratamiento térmico (Fig. 4.2) está constituido por cristales con mala cristalización (aparecen picos de difracción anchos y de poca intensidad) de la fase Li_2SiO_3 en una matriz vítrea abundante (ruido de fondo).

IPS e.max[®] CAD, una vez sometido al ciclo térmico de cristalización (850°C), está constituido por cristales de $\text{Li}_2\text{SiO}_2\text{O}_5$ en una matriz vítrea que también contiene algunos cristales de Li_2SiO_3 (Fig. 4.3).

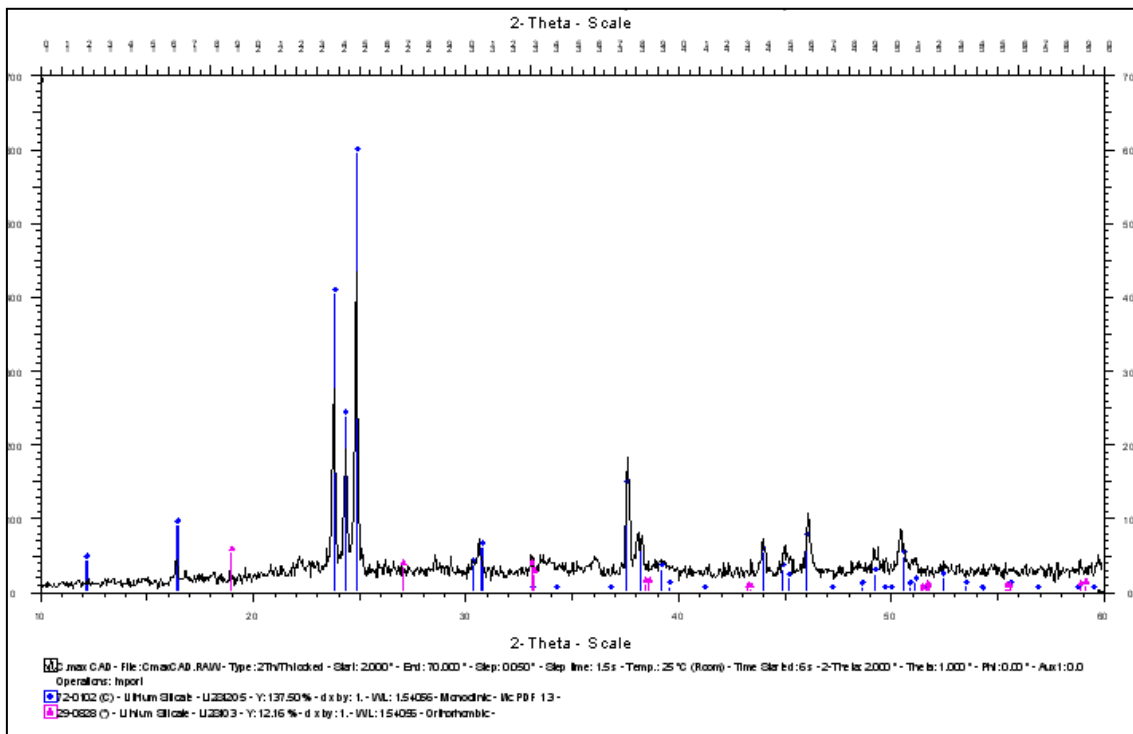


Figura 4.3. DRX de IPS e.max[®] CAD después del tratamiento térmico de cristalización. Imagen obtenida con el programa Diffract/AT acoplado al difractómetro.

4.1.1.3. IPS e.max[®] Zir CAD.

IPS e.max[®] ZirCAD PRESINTERIZADO está constituido por óxido de circonio (circona) parcialmente estabilizado con itrio (Fig. 4.4).

IPS e.max[®] ZirCAD SINTERIZADO está constituido por ZrO_2 estabilizado con itrio (Fig. 4.5). La ficha patrón de DRX utilizada para su identificación se corresponde con la siguiente fórmula: $Zr_{0,935}Y_{0,065}O_{1,968}$.

La composición de este material, analizada a través de DRX, se corresponde con la información que aporta la casa comercial Ivoclar.

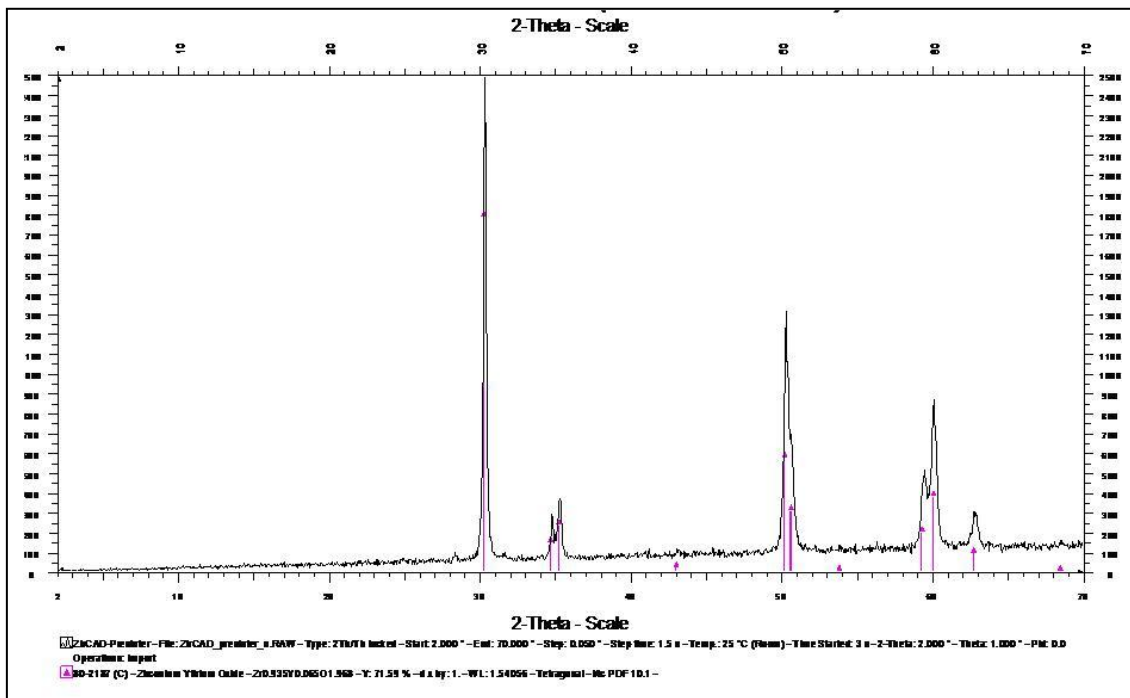


Figura 4.4. DRX de IPS e.max[®] ZirCAD presinterizado. Imagen obtenida con el programa Diffract/AT acoplado al difractómetro.

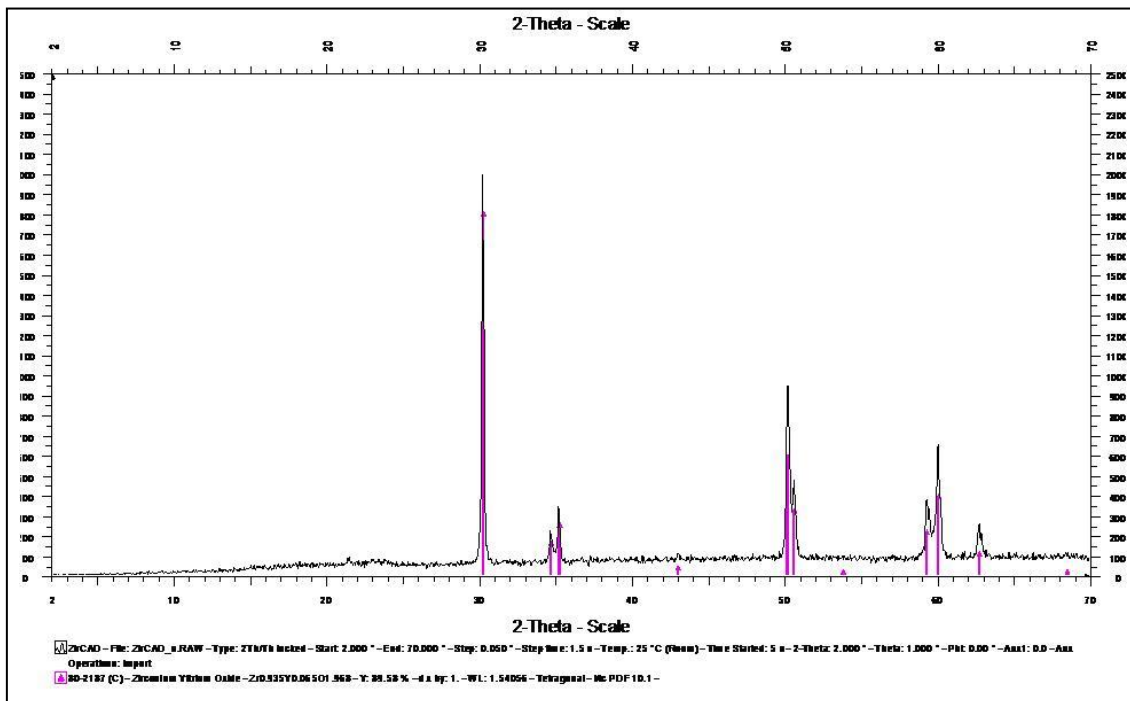


Figura 4.5. DRX de IPS e.max[®] ZirCAD sinterizado. Imagen obtenida con el programa Diffract/AT acoplado al difractómetro.

4.1.1.4. Lava[®].

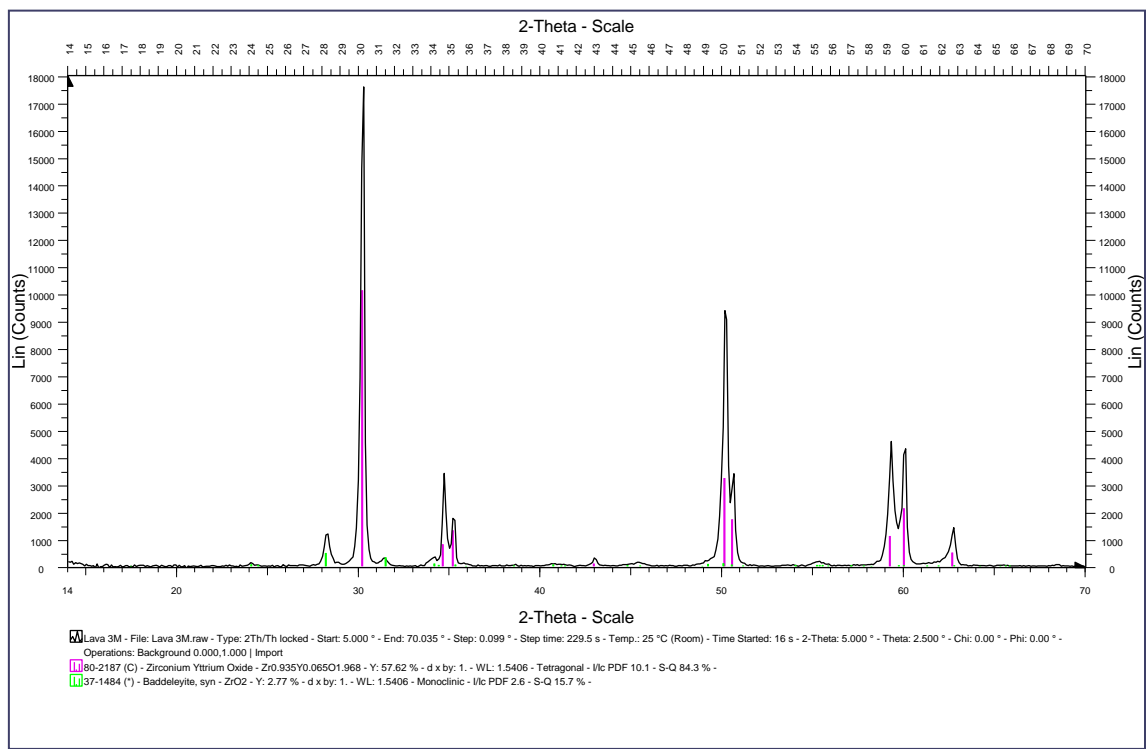


Figura 4.6. DRX de Lava[®]. Imagen obtenida con el programa Diffract/AT acoplado al difractor.

El sustrato cerámico Lava[®] está constituido por ZrO₂ estabilizado con itrio. La ficha patrón de DRX utilizada para su identificación se corresponde con la fórmula: Zr_{0,935}Y_{0,065}O_{1,968} y es la misma que se utilizó para la identificación del grupo IPS e.max[®] ZirCAD, puesto que la composición de ambos núcleos cerámicos es muy similar.

La composición de este material, analizada a través de DRX, se corresponde con la información que aporta la casa comercial 3M ESPE.

4.1.2. Revestimientos vítreos.

4.1.2.1. IPS e.max[®] Ceram.

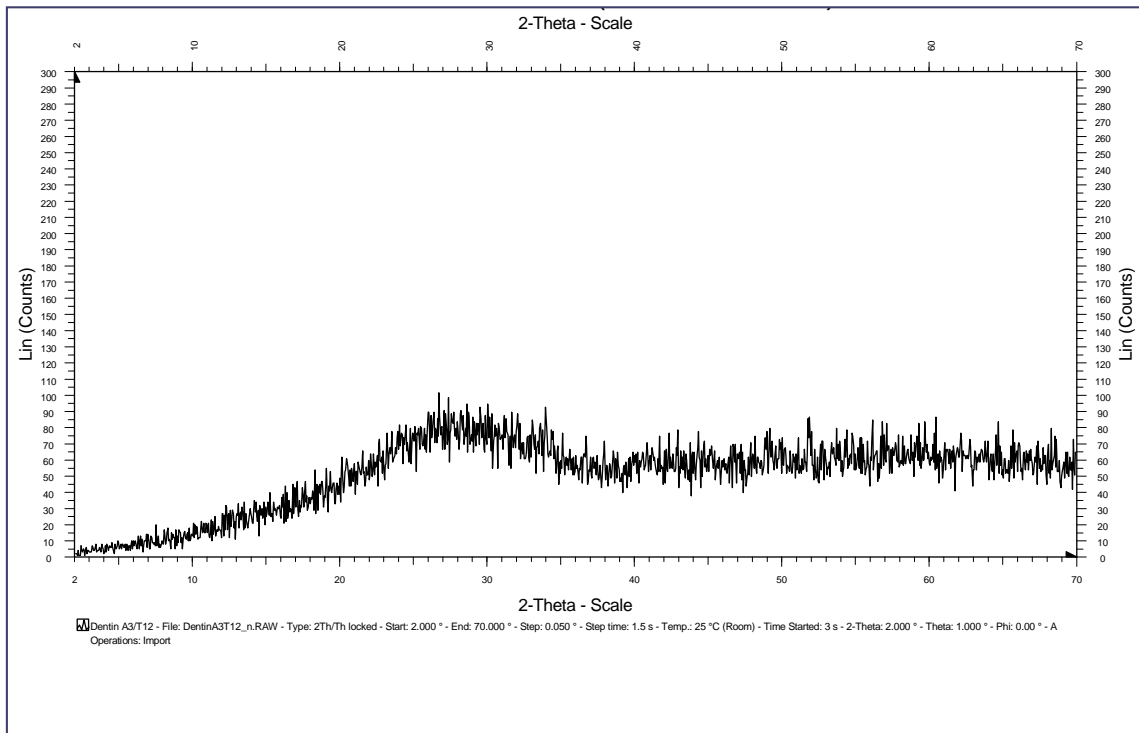


Figura 4.7. DRX IPS e.max[®] Ceram. Imagen obtenida con el programa Diffract/AT acoplado al difractómetro.

La DRX de IPS e.max[®] Ceram, en polvo, muestra un material no cristalino (amorfo), con una *composición del sistema*: $SiO_2-LiO_2-Na_2O-K_2O-Al_2O_3-CaO-P_2O_5-F-ZnO$. Esta composición, coincide con la especificada por la casa comercial Ivoclar.

4.1.2.2. IPS e.max[®] ZirPress.

La DRX de IPS e.max[®] ZirPress, muestra un material amorfo, no cristalino; con una *composición del sistema*: $SiO_2-Al_2O_3-Na_2O-K_2O-CaO-ZrO_2-P_2O_5-F$, según especifica la casa comercial Ivoclar.

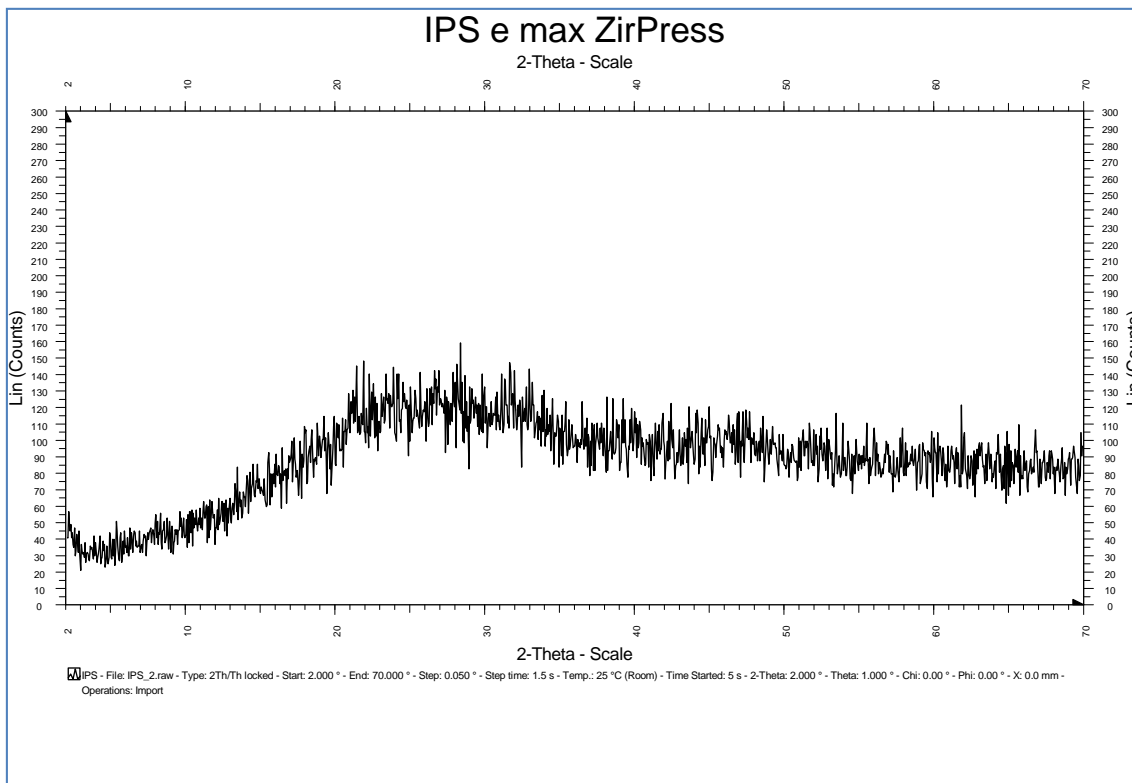


Figura 4.8. DRX IPS e.max[®] ZirPress. Imagen obtenida con el programa Diffract/AT acoplado al difractómetro.

4.1.2.3. Lava[®] Ceram.

La DRX de Lava[®] Ceram, muestra un material mayoritariamente no cristalino (amorfo), con picos de difracción que indican la presencia de alguna fase cristalina.

La composición de este material, analizada a través de DRX, se corresponde con la información que aporta la casa comercial 3M ESPE.

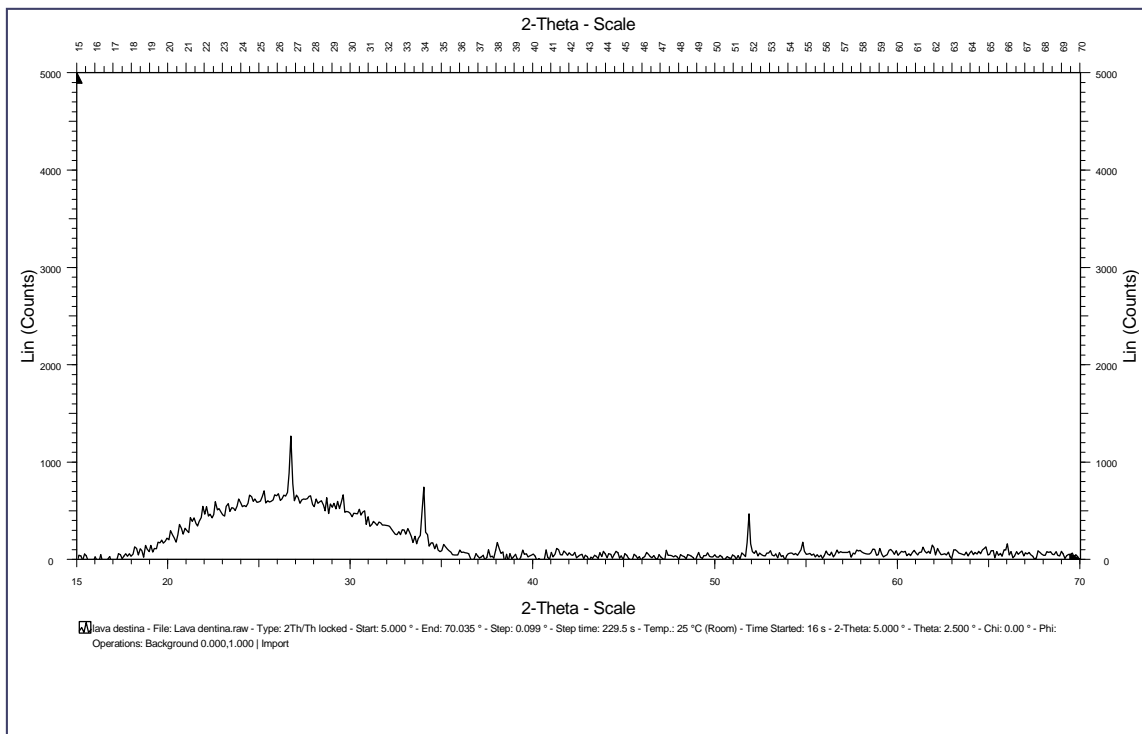


Figura 4.9. DRX Lava[®] Ceram. Imagen obtenida con el programa Diffract/AT acoplado al difractor.

4.1.3. Grupos control.

4.1.3.1. Tilite[®].

El sustrato metálico Tilite[®], según la DRX, está constituido, principalmente, por Níquel. Para su identificación se utilizó la fija patrón de DRX: PDF: 04-0850.

Su composición exacta en porcentaje, según la casa comercial Talladium, es: 60-76 Ni, 12-21 Cr, 4-14 Mo, 4-6 Ti.

En este caso, con la DRX no se pudo determinar, exactamente, la composición de este material, pero sí se observaron correlaciones entre los elementos que se corresponden con los picos de difracción y la composición que especifica la casa comercial.

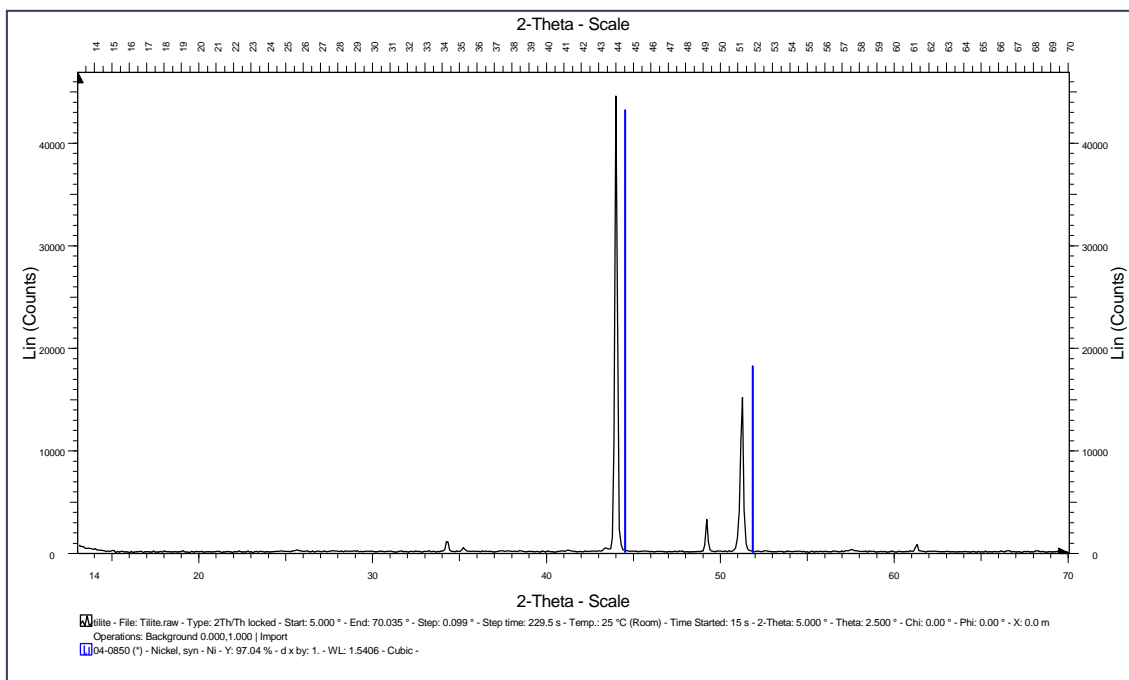


Figura 4.10. DRX del sustrato metálico Tilite[®]. Imagen obtenida con el programa Diffract/AT acoplado al difractor.

4.1.3.2. Cerapall[®].

El sustrato metálico Cerapall[®], según la DRX, está constituido, principalmente, por Paladio. Para su identificación se utilizó la fija patrón de DRX: PDF: 87-0643.

Su composición exacta en porcentaje, según la casa comercial Metalor Technologies, es: 4.1 Au, 75 Pd, 4.4 Ag, 5.9 In, 6 Ga.

Con la DRX no se pudo determinar, exactamente, la composición de este material, pero sí se observaron correlaciones entre los elementos que se corresponden con los picos de difracción y la composición que especifica la casa comercial.

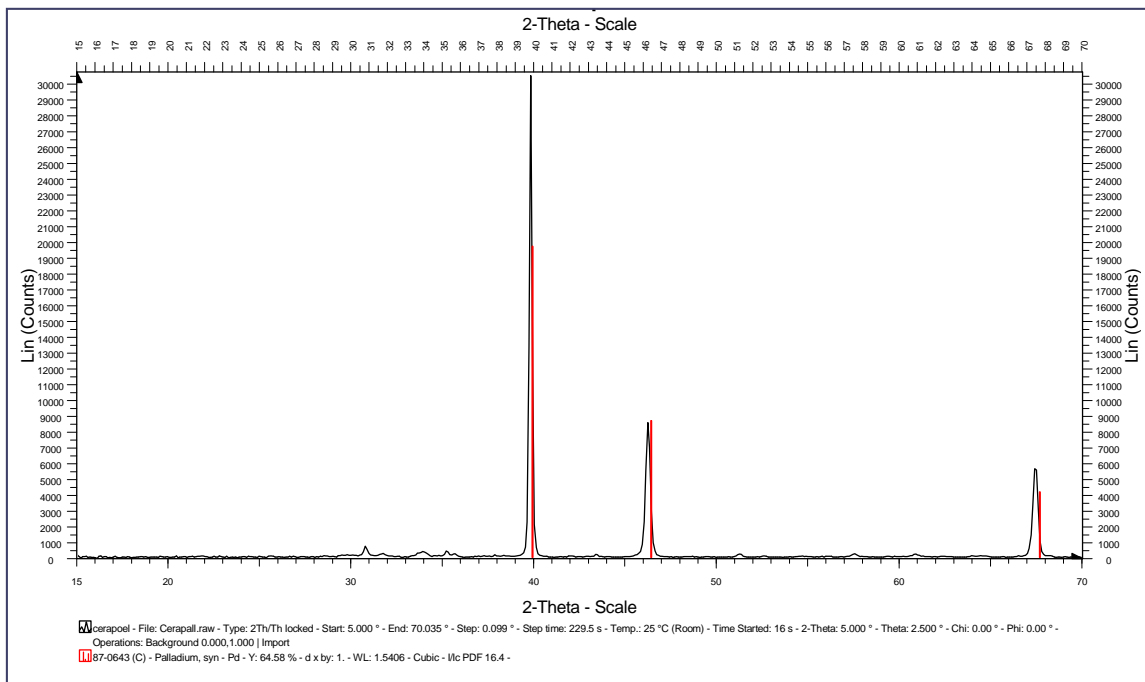


Figura 4.11. DRX del sustrato metálico Cerapall[®]. Imagen obtenida con el programa Diffract/AT acoplado al difractor.

4.1.3.3. Revestimiento vítreo IPS d.SIGN[®].

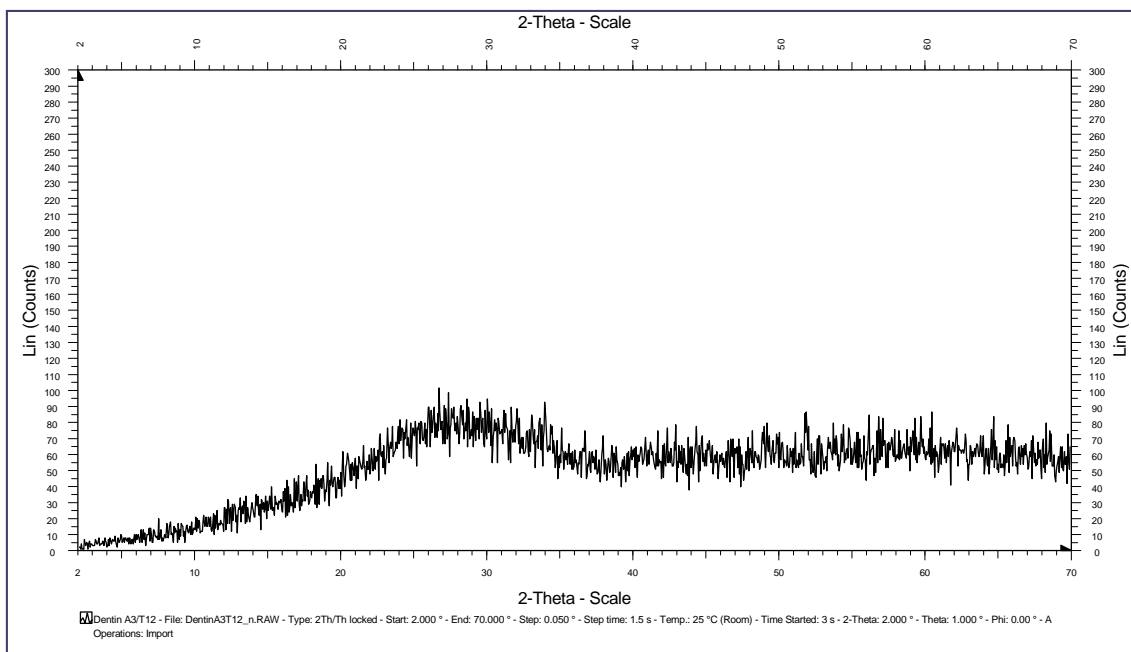


Figura 4.12. DRX IPS d.SIGN[®]. Imagen obtenida con el programa Diffract/AT acoplado al difractor.

La DRX de IPS d.SIGN[®] muestra un material mayoritariamente no cristalino (amorfo), con picos de difracción que indican la presencia de alguna fase cristalina.

La composición de este material, analizada a través de DRX, se corresponde con la información que aporta la casa comercial Ivoclar, especificando que se trata de una cerámica de fluorapatita reforzada con leucita.

4.1.4. Capas intermedias.

4.1.4.1. ZirLiner.

La DRX de la capa intermedia ZirLiner, muestra un material amorfo, no cristalino. Está compuesto, básicamente, por una mezcla de butanodiol, agua y cloruro, según especifica la casa comercial Ivoclar.

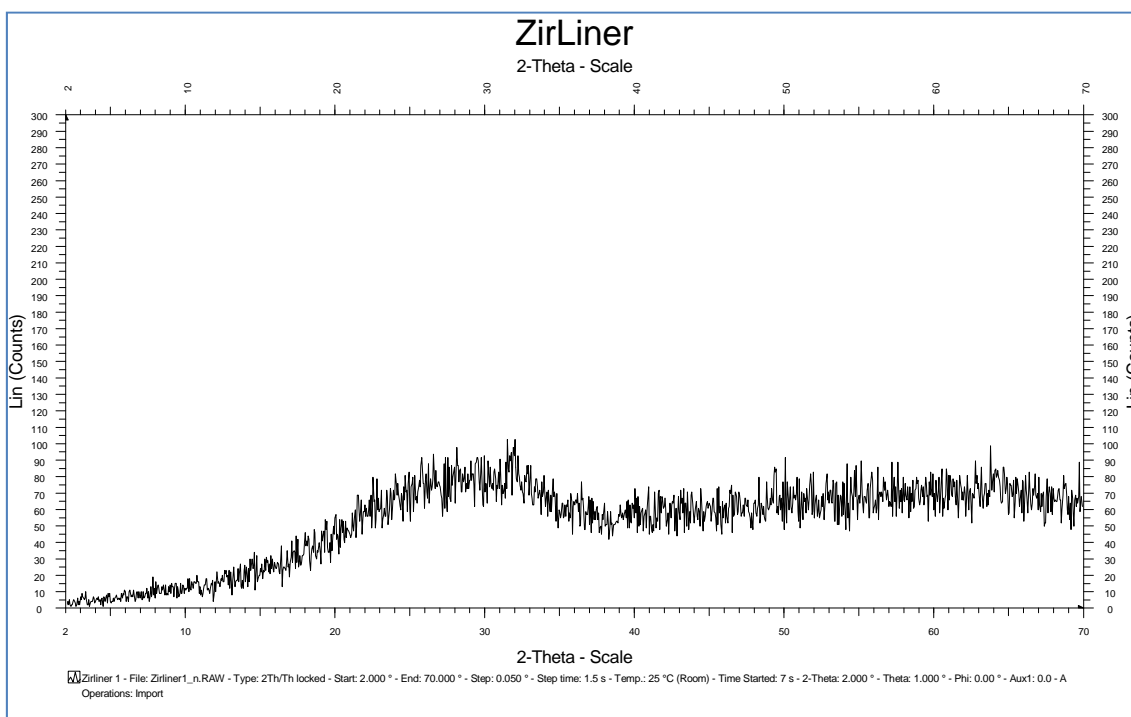


Figura 4.13. DRX del ZirLiner. Imagen obtenida con el programa Diffract/AT acoplado al difractómetro.

4.1.4.2. Opáquer IPS Classic®.

La DRX del Opáquer, muestra un material con diferentes fases cristalinas. Según el proveedor, Ivoclar, se trata de una mezcla de Polvo de copolímero de metacrilato, sulfato de bario, óxido de aluminio, óxido de zinc, dióxido de titanio, catalizadores y pigmentos.

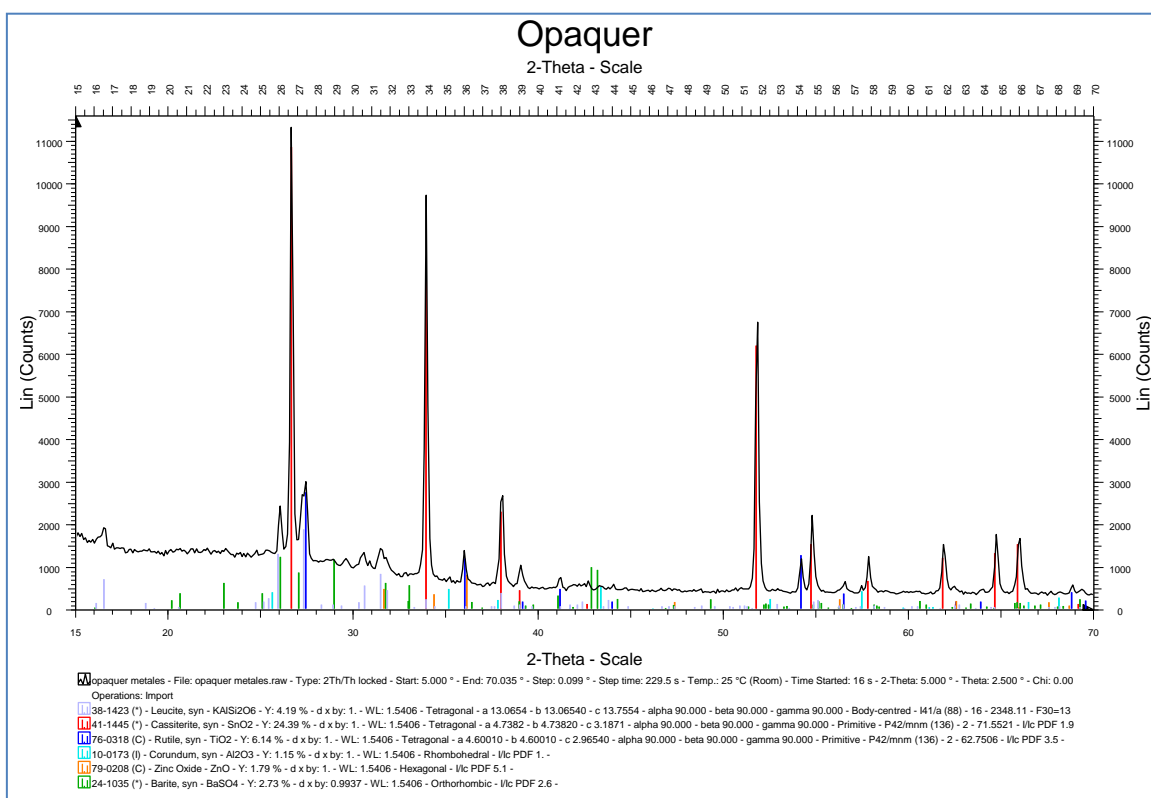


Figura 4.14. DRX del Opáquer IPS Classic®. Imagen obtenida con el programa Diffract/AT acoplado al difractor. Al pie de la imagen se identifican las diferentes fases cristalinas del material que aparecen directamente con el software utilizado, por lo que no se puede variar ni el tipo ni el tamaño de la fuente.

4. 2. Análisis de la mojabilidad del recubrimiento mediante Microscopía de Calefacción

A continuación se presentarán los resultados de la Microscopía de Calefacción de los diferentes grupos de estudio, analizando tanto el sustrato como el recubrimiento de cada grupo y estudiando, posteriormente, la compatibilidad de ambos en los ciclos de cocción. De esta forma se evaluará el grado de mojabilidad, reactividad y unión que alcanzan las porcelanas de recubrimiento sobre los núcleos cerámicos y metálicos.

4.2.1. IPS e.max[®] Press /IPS e.max[®] Ceram.

Inicialmente, se reprodujo el ciclo de cocción que aconseja la casa comercial Ivoclar para este grupo, alcanzando una temperatura máxima de 750 °C.

En la Fig. 4.15 se recoge el registro obtenido en el microscopio de calefacción y en las Figs.4.16 y 4.17, las imágenes y fotografías más características.

Con este ciclo de cocción, las muestras contraen levemente y la primera capa de recubrimiento cerámico no llega a mojar por completo al sustrato. En las imágenes tomadas durante la microscopía de calefacción, se observa cómo el recubrimiento sólo se reblandece levemente en la zona de contacto con el sustrato.

Estos resultados mostraban un mojado deficiente del recubrimiento sobre el sustrato, lo cual parecía que se podría mejorar aumentando la temperatura del ciclo de cocción; por lo que se pasó a determinar los puntos de fusión del recubrimiento cerámico y del sustrato para tratar de aumentar la temperatura del ciclo de cocción, manteniendo el equilibrio térmico de ambas capas.

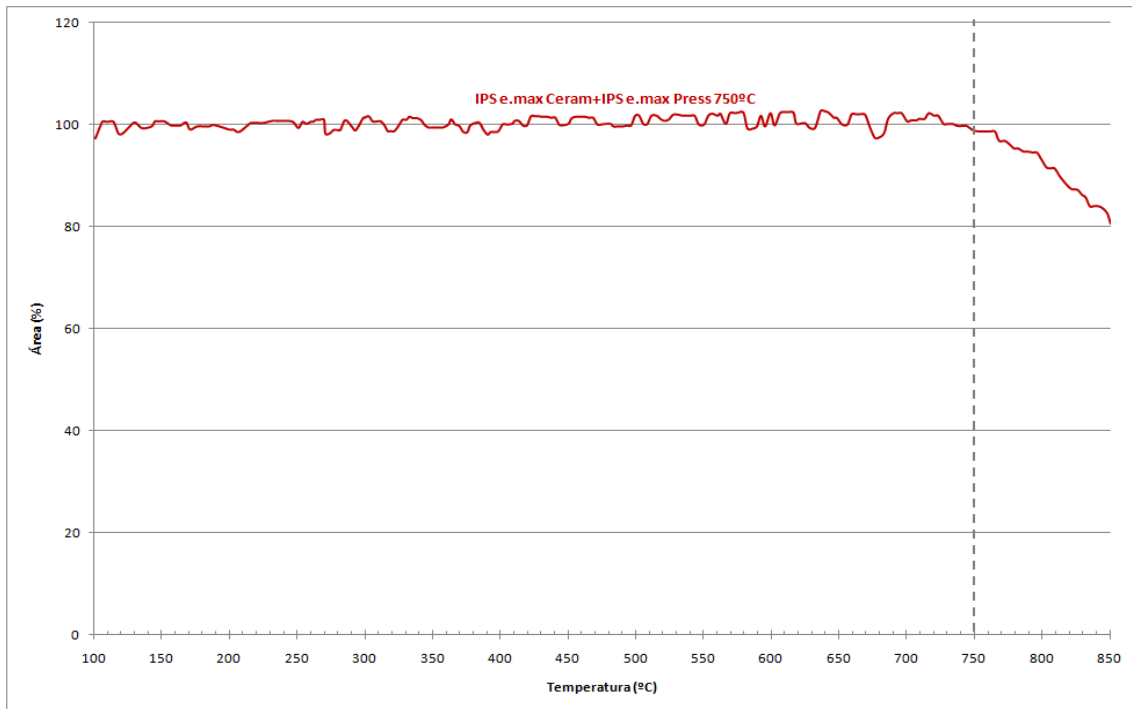


Figura 4.15. IPS e.max[®] Ceram (recubrimiento) sobre IPS e.max[®] Press: Li₂Si₂O₅ (Sustrato). Variación del área de la muestra (en tanto por ciento) frente a la temperatura (en °C). Ensayo realizado hasta 850°C, corte en 750°C.



Figura 4.16. Imágenes obtenidas de la microscopía de calefacción con el software EMI 2 V 2.3. En ella aparece la muestra IPS e.max[®] Ceram / IPS e.max[®] Press a temperatura ambiente (imagen de la izquierda) y a 750°C (imagen de la derecha). Como se observa, el recubrimiento se reblandece, levemente, en la zona de unión con el sustrato.



Figura 4.17. Imagen de la muestra IPS e.max[®] Ceram / IPS e.max[®] Press tras la microscopía de calefacción. Curiosamente, con una leve presión digital sobre el recubrimiento, éste se desprendía fácilmente del sustrato.

Para estimar si se puede mejorar la *mojabilidad*, aumentando la temperatura de los ciclos de cocción, se decidió determinar el **punto de fusión del sustrato IPS e.max[®] Press**. Como se comentó en el apartado de Material y Método, dicho sustrato es una vitrocerámica de disilicato de litio ($\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ (~ 70% cristalino)).

Según la información suministrada por la casa Ivoclar Vivadent, la fase $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ pura, funde aproximadamente a 1033°C.

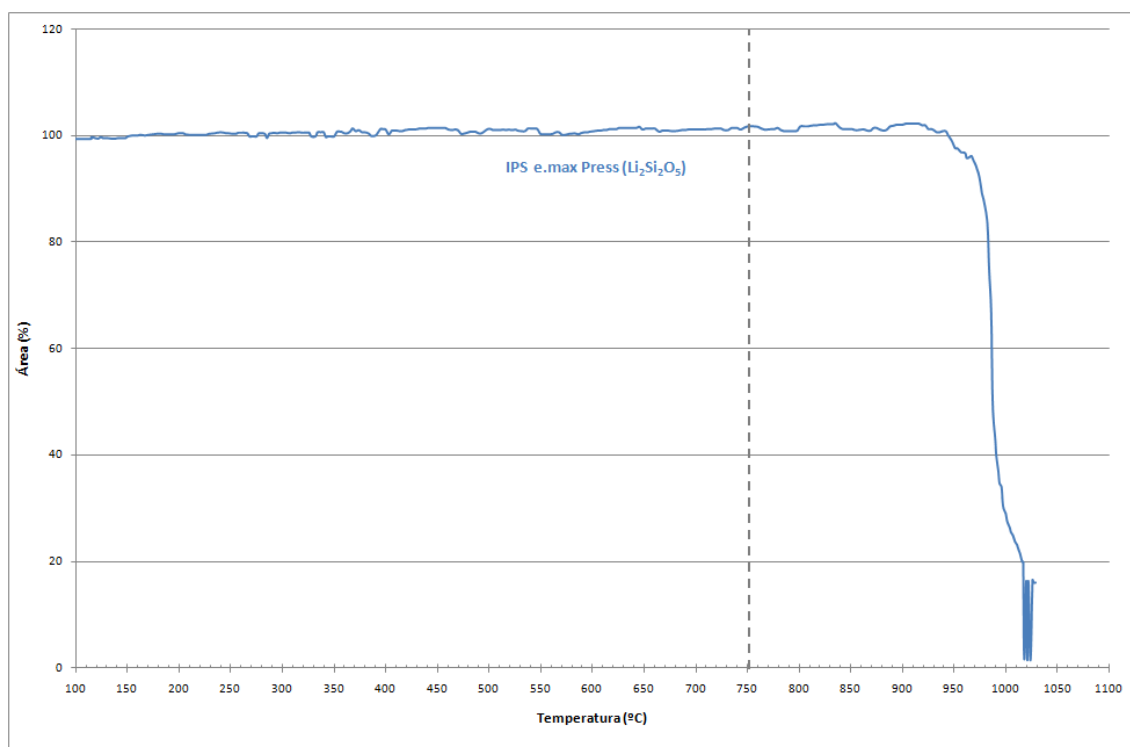


Figura 4.18. Determinación del punto de fusión de IPS e.max[®] Press (sustrato) sobre platino (Pt). Variación del área de la muestra (en tanto por ciento) frente a la temperatura (en °C). Ensayo realizado hasta 1040°C con el microscopio de calefacción.



Figura 4.19. Determinación del punto de fusión sobre platino (Pt) de IPS e.max[®] Press (Sustrato). Imagen obtenida con el software EMI 2 V 2.3 del microscopio de calefacción. Imagen de la izquierda: Temperatura ambiente (22°C). Imagen central: 980°C (reblandecimiento). Imagen de la derecha: 988°C (fusión-fluencia).

La muestra comienza a contraer aproximadamente a los 950°C, comenzando a reblandecer entre los 975°- 980°C, donde ya hay una cantidad de vidrio apreciable. La fusión total está en torno a 988°C, temperatura inferior a la teórica de fusión del compuesto $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$, que está en torno a los 1033°C. Esto es debido a la presencia de otros óxidos minoritarios en la composición original.

A continuación, para estimar si se puede mejorar la *mojabilidad* aumentando la temperatura de los ciclos de cocción, se decidió, igualmente, determinar el **punto de fusión del recubrimiento IPS e.max[®] Ceram**.

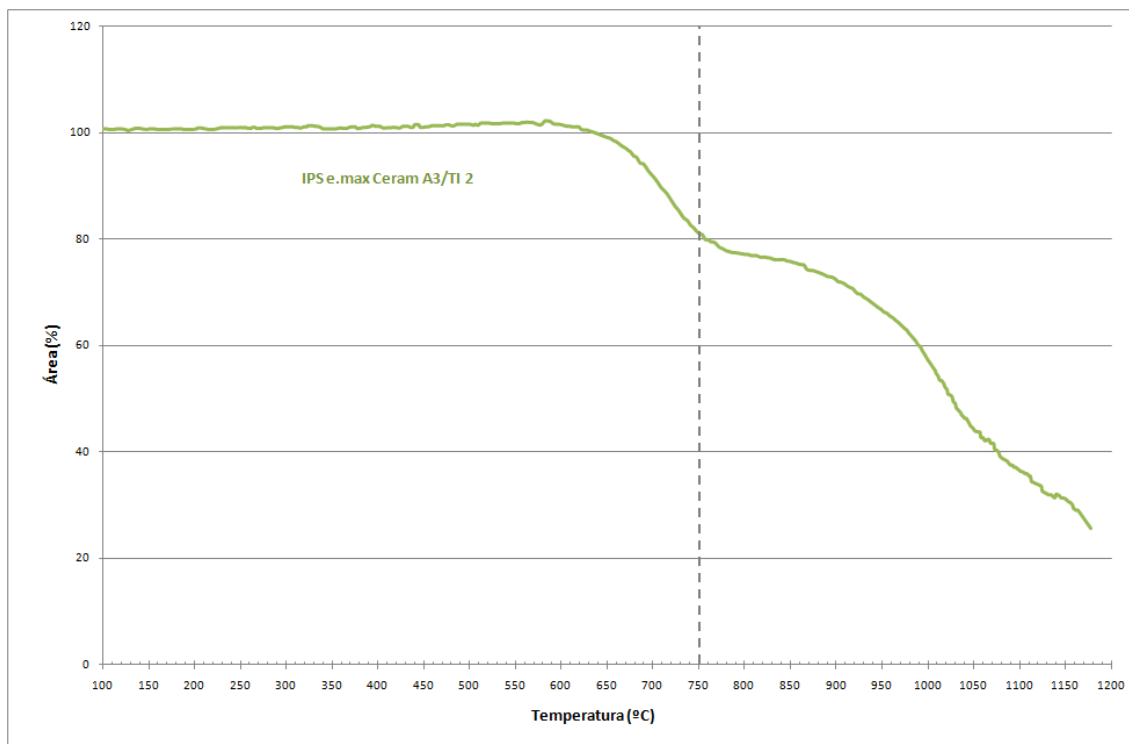


Figura 4.20. Determinación del punto de fusión de IPS e.max[®] Ceram (recubrimiento) sobre platino (Pt). Variación del área de la muestra (en tanto por ciento) frente a la temperatura (en °C). Ensayo realizado hasta 1200°C con el microscopio de calefacción.

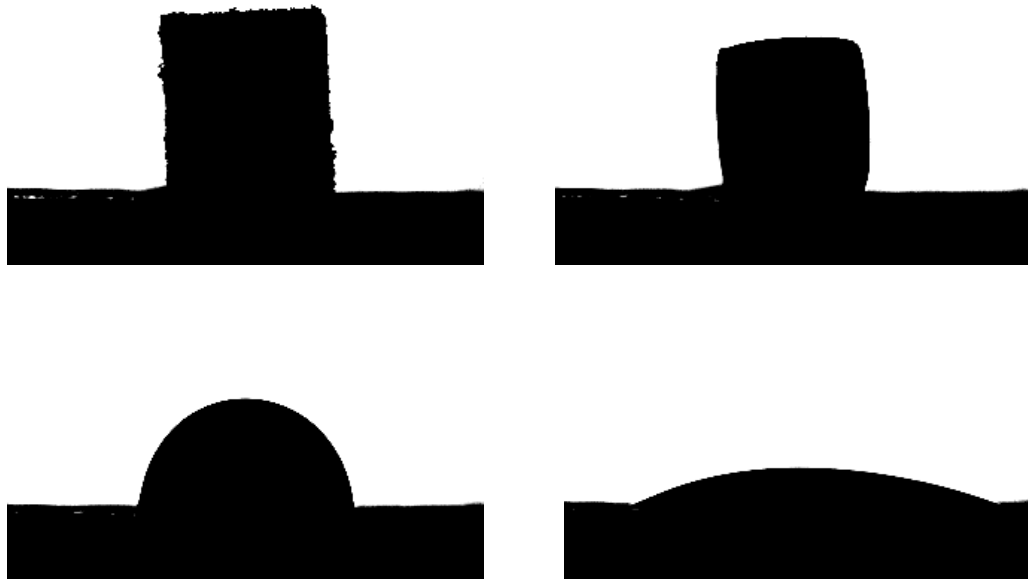


Figura 4.21. Determinación del punto de fusión sobre platino (Pt) de IPS e.max[®] Ceram (recubrimiento). Imagen obtenida con el software EMI 2 V 2.3 del microscopio de calefacción. Parte superior: imagen de la izquierda, temperatura ambiente (22°C); imagen de la derecha: 868°C (reblandecimiento). Parte inferior: imagen de la izquierda, 992°C (semiesfera); imagen de la derecha: 1178°C (fusión total-fluencia).

De estos datos se deduce claramente que la muestra comienza a contraer a los 650°C, comenzando a reblandecer entre los 825°-868°C, donde ya hay una cantidad de vidrio apreciable. A 992°C se detecta el punto de formación de semiesfera según las normas ISO DIN 51730 1984, ISO 540 1995-03-15 o DIN 51730 1998-04. A los 1150°C, la muestra está prácticamente fundida en su totalidad. Detectándose la fusión total y el punto de fluencia a los 1178°C.

Finalmente, para estimar si se puede mejorar la *mojabilidad*, aumentando la temperatura de los ciclos de cocción, se decidió realizar un ensayo empleando un ciclo de cocción equivalente al recomendado por Ivoclar Vivadent pero aumentando la temperatura máxima recomendada; es decir, el ensayo se hizo con **IPS e.max[®] Ceram sobre IPS e.max[®] Press hasta el punto de fusión (965°C).**

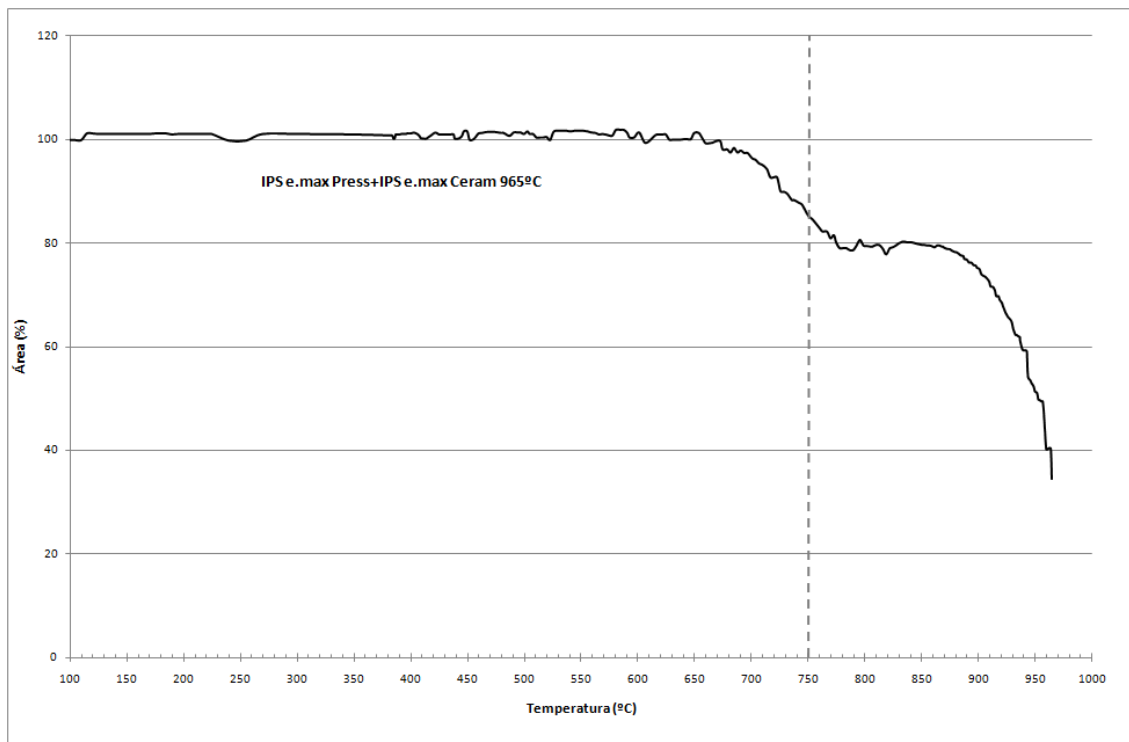


Figura 4.22. IPS e.max[®] Ceram (recubrimiento) sobre IPS e.max[®] Press (sustrato). Variación del área de la muestra (en tanto por ciento) frente a la temperatura (en °C). Ensayo realizado empleando un ciclo de cocción equivalente al recomendado por Ivoclar Vivadent pero aumentando la temperatura máxima recomendada de 750°C hasta los 965°C en el microscopio de calefacción.

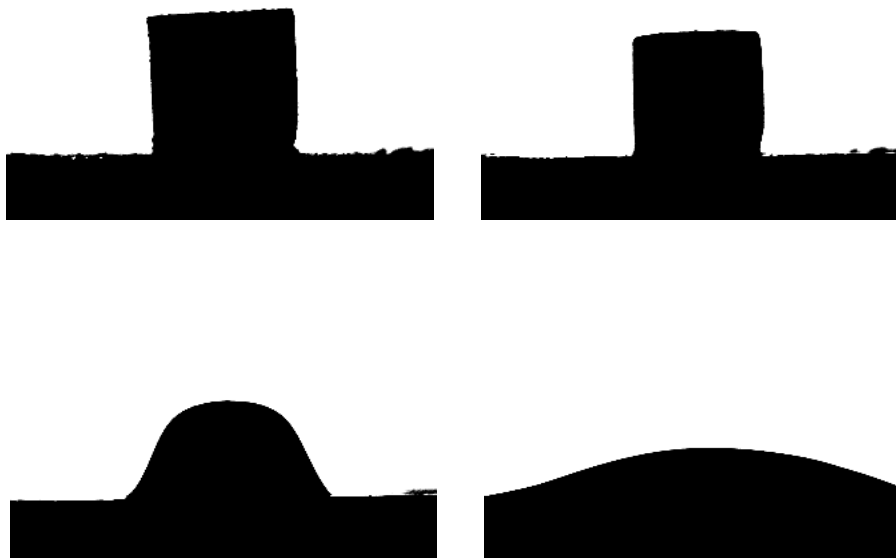


Figura 4.23. IPS e.max[®] Ceram (recubrimiento) sobre IPS e.max[®] Press (sustrato). Ensayo realizado empleando un ciclo de cocción equivalente al recomendado por Ivoclar Vivadent en el microscopio de calefacción, pero aumentando la temperatura máxima recomendada hasta 965°C. Parte superior: imagen de la izquierda, temperatura ambiente (22°C); imagen de la derecha: 861°C (reblandecimiento). Segunda fila, imagen de la izquierda: 919°C, Semiesfera; imagen de la derecha: 965°C (fusión total-fluencia).



Figura 4.24. Imagen de la muestra IPS e.max[®] Ceram / IPS e.max[®] Press tras la microscopía de calefacción hasta los 965°C. Se observa cómo el recubrimiento ha fundido completamente, hasta el punto de reblandecer el sustrato y cambiar su forma.

De los datos de la microscopía de calefacción se deduce que la muestra comienza a contraer aproximadamente a los 650°C, comenzando a reblandecer entre los 850°-861°C, donde ya hay una cantidad de vidrio apreciable. A 919°C se detecta el punto de formación de semiesfera según las normas ISO DIN 51730 1984, ISO 540 1995-03-15 o DIN 51730 1998-04. A 950°C la muestra está prácticamente fundida en su totalidad, detectándose la fusión total y el punto de fluencia a 965°C, según las normas anteriormente citadas. Como es lógico, al estar el recubrimiento IPS e.max[®] Ceram en contacto con el sustrato de IPS e.max[®] Press, las temperaturas varían ligeramente con respecto al ensayo realizado con cada composición por separado. A la temperatura final del ensayo (965°C) el sustrato de $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ está reblandecido y parcialmente fundido, por lo que hay que evitar llegar a temperaturas tan altas durante los ciclos de cocción.

De todos los datos expuestos hasta el momento, se puede hacer una **comparativa de los resultados obtenidos en el grupo IPS e.max[®] Press / IPS e.max[®] Ceram**, que se resumen en la gráfica de la Fig. 4.25.

A falta de comprobaciones de resistencia de unión mediante test de carga, se puede adelantar que un ligero aumento de la temperatura del tratamiento térmico debería mejorar la *mojabilidad* entre ambos materiales y, por lo tanto, su unión. El tratamiento térmico debería estar por debajo de 919°C para evitar, con cierta seguridad, posibles problemas de reblandecimiento del sustrato. Un posible rango sería entre los 825°C y los 850°C (861°C) aproximadamente. De esta manera no se supera la temperatura empleada por Ivoclar Vivadent para cristalizar el sustrato, que está en torno

a los 850°C. Evidentemente, este aumento de temperatura puede afectar a las propiedades estéticas del recubrimiento, al igual que a otras propiedades físicas y químicas como son el equilibrio entre los CET, la disminución de la resistencia del circonio debido a procesos de envejecimiento...De estos y otros factores, se hablará en la discusión.

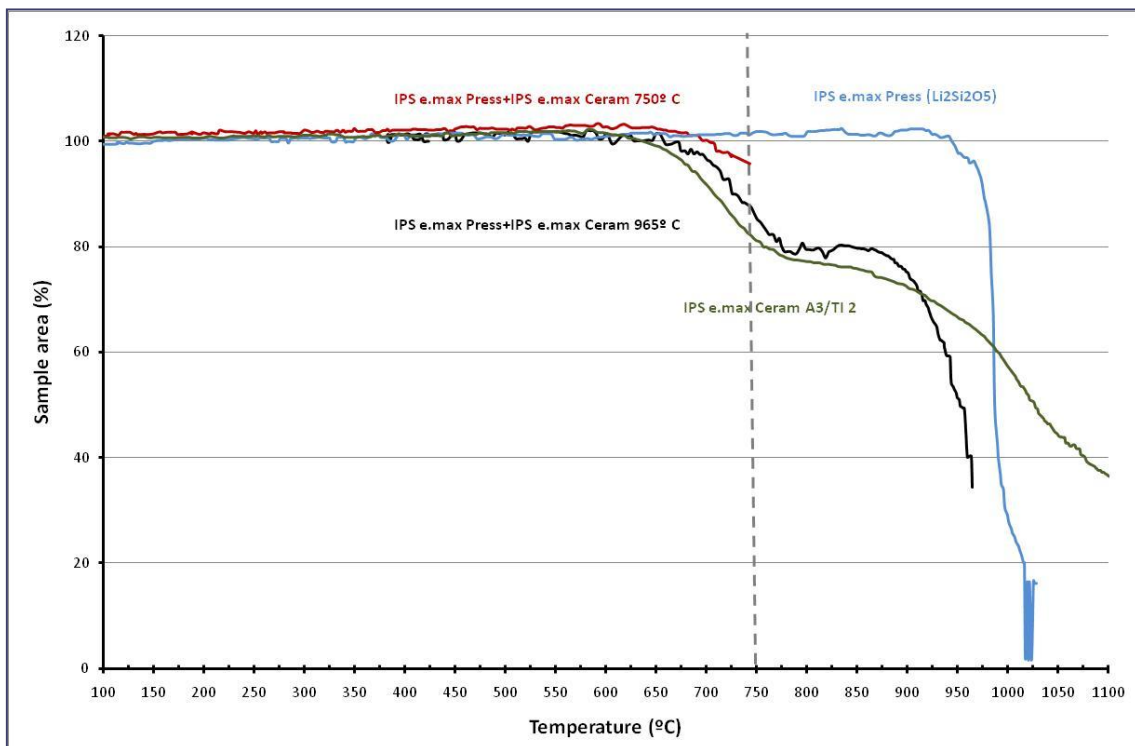


Figura 4.25. Gráfica comparativa de los registros obtenidos con IPS e.max[®] Ceram (recubrimiento) sobre IPS e.max[®] Press (sustrato). Variación del área de la muestra (en tanto por ciento) frente a la temperatura (en °C).

4.2.2. IPS e.max[®] CAD / IPS e.max[®] Ceram.

Inicialmente, se reprodujo el ciclo de cocción que aconseja la casa comercial Ivoclar para este grupo, alcanzando una temperatura máxima de 750 °C.

En la Fig. 4.26 se recoge el registro obtenido en el microscopio de calefacción y en las Figs. 4.27 y 4.28, las imágenes más características.

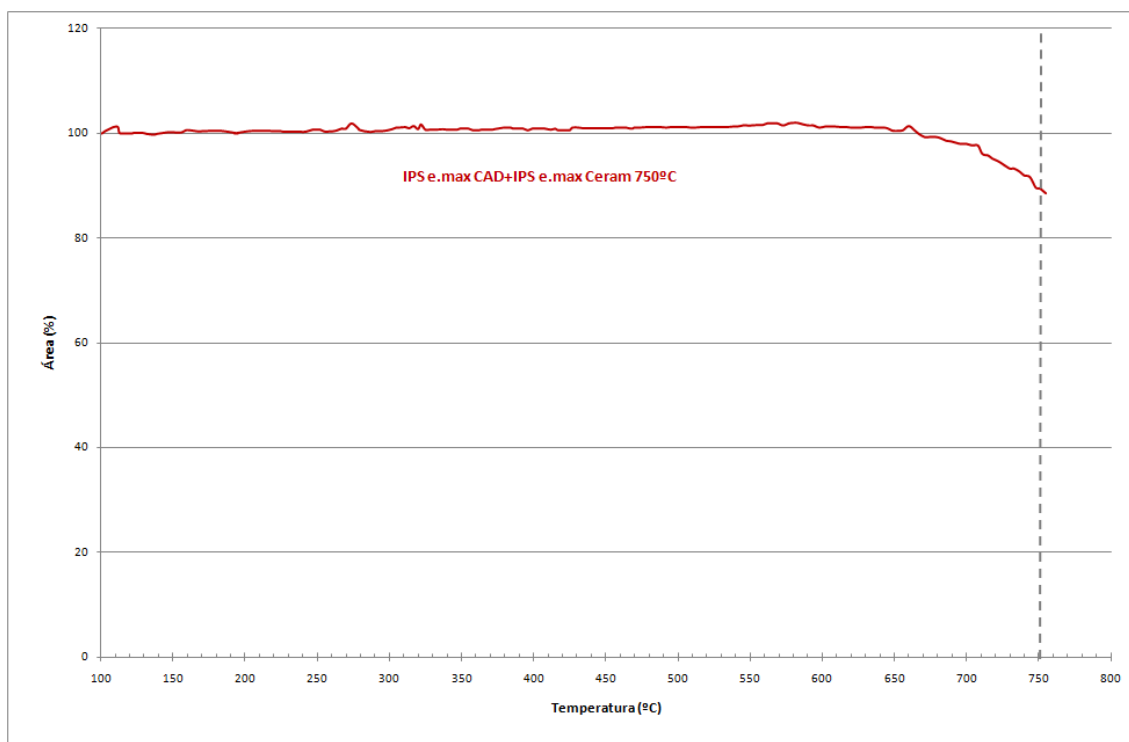


Figura 4.26. IPS e.max[®] Ceram (recubrimiento) sobre IPS e.max[®] CAD (sustrato). Variación del área de la muestra (en tanto por ciento) frente a la temperatura (en °C). Ensayo realizado hasta 750°C.

Con este ciclo de cocción, las muestras contraen levemente y la primera capa de recubrimiento cerámico no llega a mojar por completo al sustrato. En las imágenes tomadas durante la microscopía de calefacción, se observa cómo el recubrimiento ni siquiera se reblandece, o lo hace de manera muy leve, en la zona de contacto con el sustrato (Fig. 4.27).



Figura 4.27. Imagen obtenida de la microscopía de calefacción con el software EMI 2 V 2.3. En ella aparece la muestra IPS e.max[®] Ceram / IPS e.max[®] CAD a temperatura ambiente (imagen de la izquierda) y a 750°C (imagen de la derecha). Como se observa, el recubrimiento prácticamente no se reblandece en la zona de unión con el sustrato.



Figura 4.28. IPS e.max[®] Ceram sobre IPS e.max[®] CAD. Imagen de la muestra al salir del microscopio de calefacción. La unión sustrato-recubrimiento era tan leve que el recubrimiento se desprendió del sustrato nada más salir del microscopio de calefacción.

Estos resultados iniciales, mostraban un mojado deficiente del recubrimiento sobre el sustrato, lo cual parecía que se podría mejorar aumentando la temperatura del ciclo de cocción; por lo que se pasó a determinar los puntos de fusión del recubrimiento cerámico y del sustrato para tratar de aumentar la temperatura del ciclo de cocción, manteniendo el equilibrio térmico entre ambas capas.

Como se acaba de comentar y al igual que se hizo en el primer grupo de estudio, para estimar si se puede mejorar la *mojabilidad*, aumentando la temperatura, se decidió **determinar el punto de fusión del sustrato IPS e.max[®] CAD**. Dicho sustrato es una vitrocerámica de $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ (~ 70% cristalino). Era de esperar que dicha temperatura de fusión estuviese muy próxima a la del sustrato IPS e.max[®] Press, ya que se trata de un sustrato cerámico de igual composición y de la misma casa comercial. Ivoclar Vivadent informa que la fase pura $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$, funde a 1033°C.

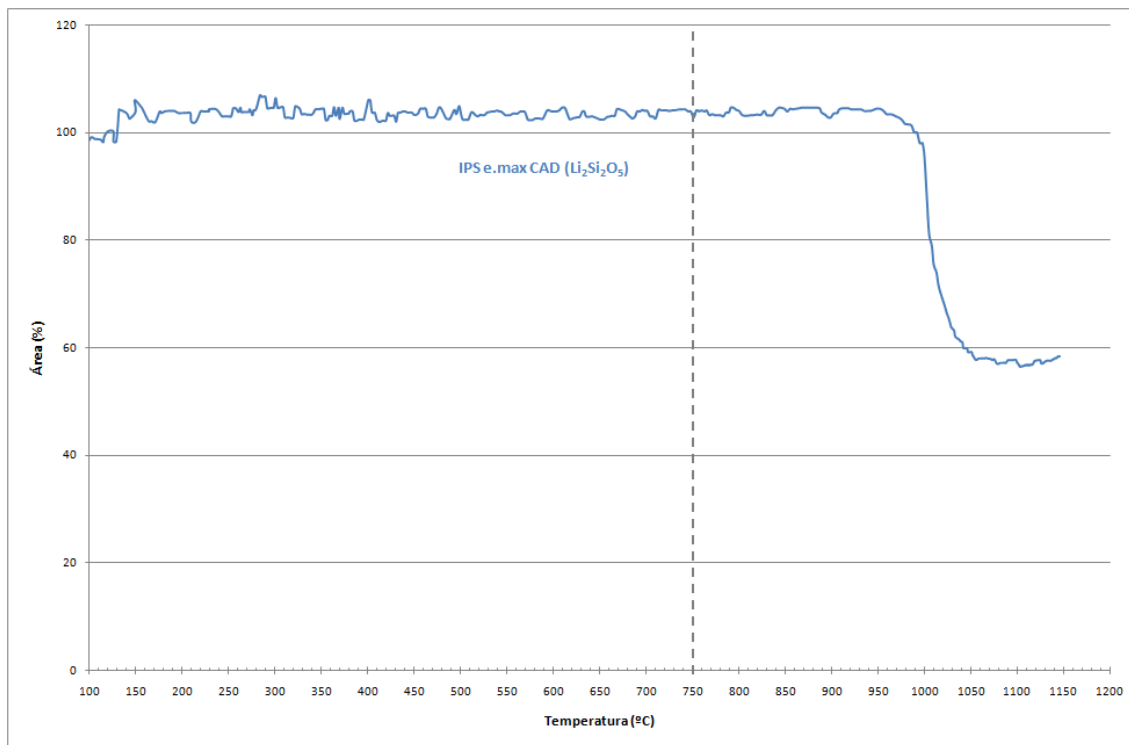


Figura 4.29. Determinación del punto de fusión de IPS e.max[®] CAD (sustrato) sobre platino (Pt). Variación del área de la muestra (en tanto por ciento) frente a la temperatura (en °C). Ensayo realizado hasta 1100°C con el microscopio de calefacción.



Figura 4.30. Determinación del punto de fusión sobre platino (Pt) de IPS e.max[®] CAD (sustrato). Imagen obtenida con el software EMI 2 V 2.3 del microscopio de calefacción. Imagen de la izquierda: Temperatura ambiente (22°C). Imagen central: 989°C (reblandecimiento). Imagen de la derecha: 1100°C (fusión-fluencia).

La muestra comienza a contraer, aproximadamente, a los 950°C, comenzando a reblandecer entre los 975°-989°C, donde ya hay una cantidad de vidrio apreciable. La fusión total esta en torno a los 1000-1020°C. Temperatura inferior a la teórica de fusión del compuesto $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$, que está en torno a los 1033°C. Esto es debido a la presencia de otros óxidos minoritarios en la composición original. El comportamiento, es idéntico al sufrido por el material IPS e.max[®] Press.

A continuación, para estimar si se puede mejorar la *mojabilidad*, aumentando la temperatura de los ciclos de cocción, se decidió, igualmente, determinar el **punto de fusión del recubrimiento IPS e.max[®] Ceram**.

Al tratarse del mismo recubrimiento cerámico que el empleado en el apartado anterior (IPS e.max[®] Press / IPS e.max[®] Ceram), esta medición se corresponde, íntegramente, con la de ese grupo.

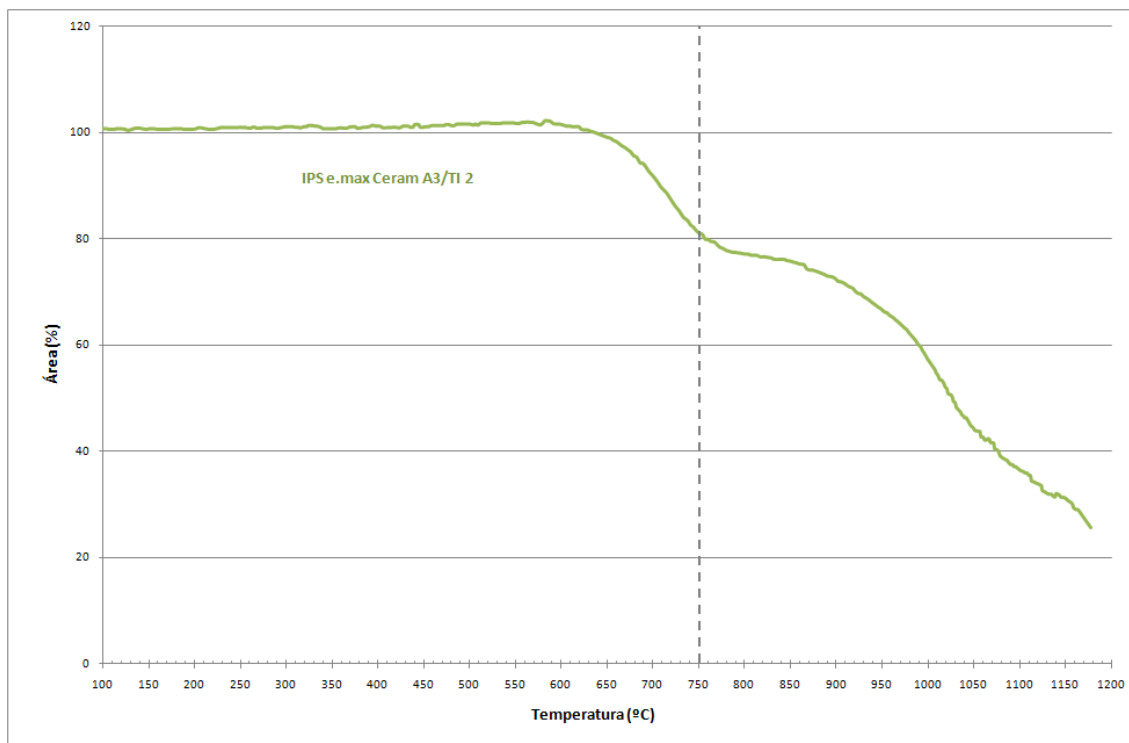


Figura 4.31. Determinación del punto de fusión de IPS e.max[®] Ceram (recubrimiento) sobre platino (Pt). Variación del área de la muestra (en tanto por ciento) frente a la temperatura (en °C). Ensayo realizado hasta 1200°C con el microscopio de calefacción.

De estos datos se deduce claramente que la muestra comienza a contraer a los 650°C, comenzando a reblandecer entre los 825°-868°C, donde ya hay una cantidad de vidrio apreciable. A 992°C se detecta el punto de formación de semiesfera según las normas ISO DIN 51730 1984, ISO 540 1995-03-15 o DIN 51730 1998-04. A los 1150°C, la muestra está prácticamente fundida en su totalidad. Detectándose la fusión total y el punto de fluencia a los 1178°C.

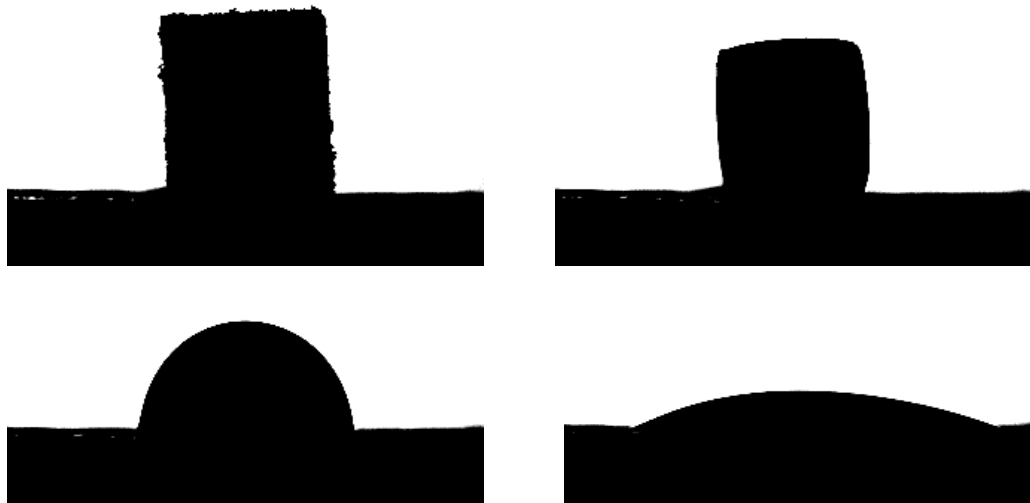


Figura 4.32. Determinación del punto de fusión sobre platino (Pt) de IPS e.max[®] Ceram (recubrimiento). Imagen obtenida con el software EMI 2 V 2.3 del microscopio de calefacción. Parte superior: imagen de la izquierda, temperatura ambiente (22°C); imagen de la derecha: 868°C (reblandecimiento). Parte inferior: imagen de la izquierda, 992°C (semiesfera); imagen de la derecha: 1178°C (fusión total-fluencia).

Para estimar si se puede mejorar la *mojabilidad*, aumentando la temperatura de los ciclos de cocción, se decidió, finalmente, realizar un ensayo empleando un ciclo de cocción equivalente al recomendado por Ivoclar Vivadent pero aumentando la temperatura máxima recomendada (**IPS e.max[®] Ceram sobre IPS e.max[®] CAD hasta el punto de fusión**).

De los datos de la microscopía de calefacción (Fig. 4.33) se deduce que la muestra comienza a contraer aproximadamente a los 650°C, comenzando a reblandecer entre los 850°-861°C, donde ya hay una cantidad de vidrio apreciable. A 919°C se detecta el punto de formación de semiesfera según las normas ISO DIN 51730 1984, ISO 540 1995-03-15 o DIN 51730 1998-04. A 950°C la muestra está prácticamente fundida en su totalidad, detectándose la fusión total y el punto de fluencia a 965°C según las normas anteriormente citadas. Como es lógico, al estar el recubrimiento IPS e.max[®] Ceram en contacto con el sustrato de IPS e.max[®] Press, las temperaturas varían ligeramente con respecto al ensayo realizado con cada composición por separado. A la temperatura final del ensayo (965°C) el sustrato de Li₂Si₂O₅ está reblandecido y parcialmente fundido (igual que ocurre en el grupo IPS e.max[®] Press / IPS e.max[®]

Ceram; ver Fig. 4.24), por lo que hay que evitar llegar a temperaturas tan altas durante los ciclos de cocción.

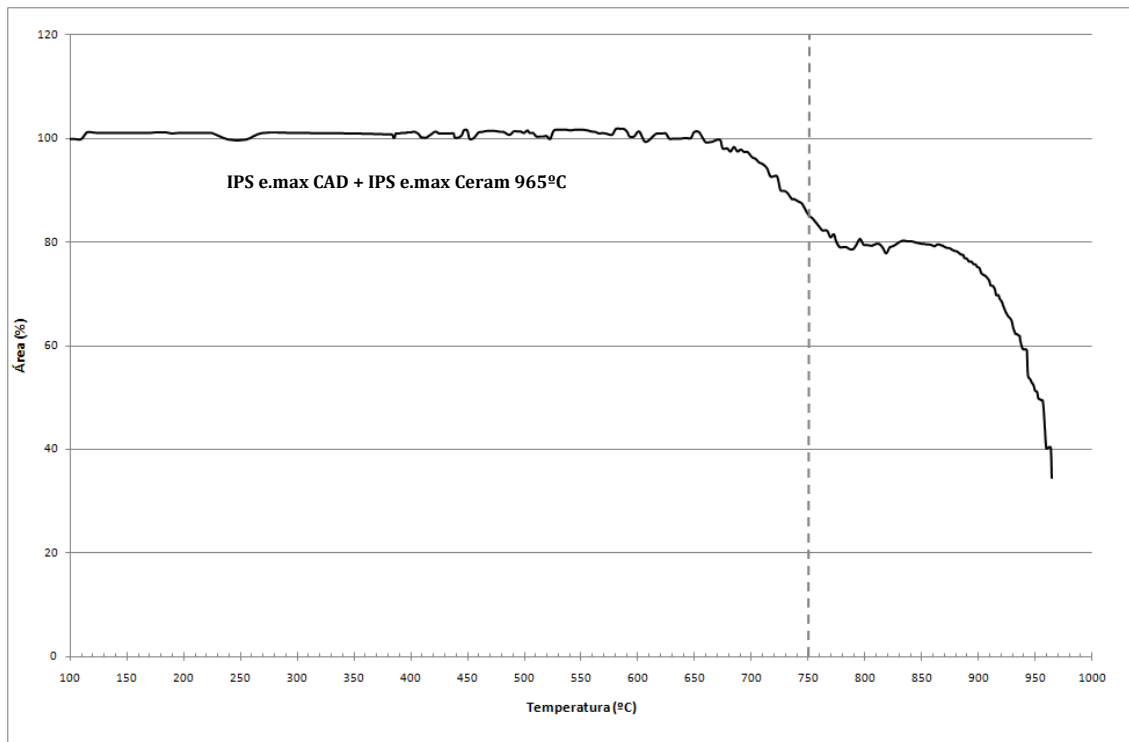


Figura 4.33. IPS e.max[®] Ceram (recubrimiento) sobre IPS e.max[®] CAD (sustrato). Variación del área de la muestra (en tanto por ciento) frente a la temperatura (en °C). Ensayo realizado empleando un ciclo de cocción equivalente al recomendado por Ivoclar Vivadent pero aumentando la temperatura máxima recomendada de 750°C hasta los 965°C en el microscopio de calefacción.

De todos los datos expuestos hasta el momento, se puede hacer una **comparativa de los resultados obtenidos en el grupo IPS e.max[®] CAD / IPS e.max[®] Ceram**, que se resumen en la gráfica de la Fig. 4.35. De ellos se deduce que un ligero aumento de la temperatura del tratamiento térmico debería mejorar la *mojabilidad* entre ambos materiales y, por lo tanto, su unión. Al igual que en el caso del sustrato IPS e.max[®] Press, el tratamiento térmico debería estar por debajo de 919°C para evitar posibles problemas de reblandecimiento del sustrato. Un posible rango estaría entre los 825°C y los 850°C (861°C, aproximadamente). De esta manera no se supera la temperatura empleada por Ivoclar Vivadent para cristalizar el sustrato, que está en torno a los 850°C. Evidentemente, este aumento de temperatura puede afectar a las

propiedades estéticas del recubrimiento, al igual que a otras propiedades físicas y químicas como son el equilibrio entre los CET, la disminución de la resistencia del circonio debido a procesos de envejecimiento...De éstos y otros factores, se hablará en la discusión.

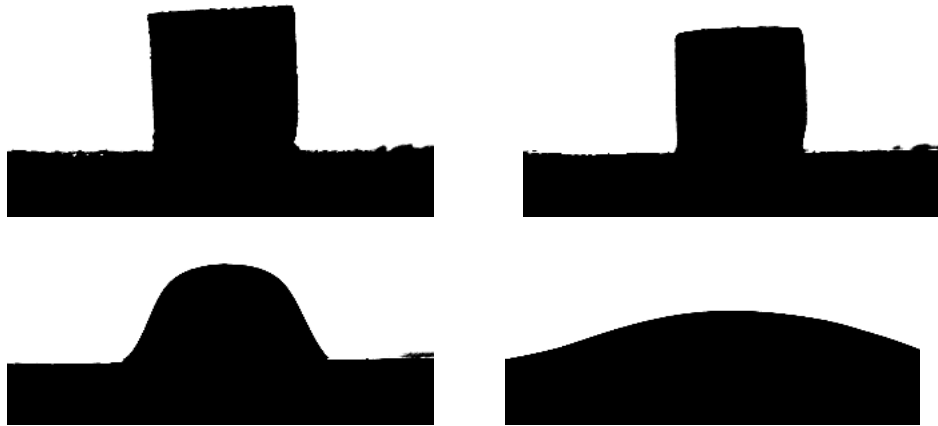


Figura 4.34. IPS e.max[®] Ceram (recubrimiento) sobre IPS e.max[®] CAD (sustrato). Ensayo realizado empleando un ciclo de cocción equivalente al recomendado por Ivoclar Vivadent en el microscopio de calefacción, pero aumentando la temperatura máxima recomendada hasta 965°C. Parte superior: imagen de la izquierda, temperatura ambiente (22°C); imagen de la derecha: 861°C (reblandecimiento). Segunda fila, imagen de la izquierda: 919°C, Semiesfera; imagen de la derecha: 965°C (fusión total-fluencia). Imagen obtenida de la microscopía de calefacción con el software EMI 2 V 2.3.

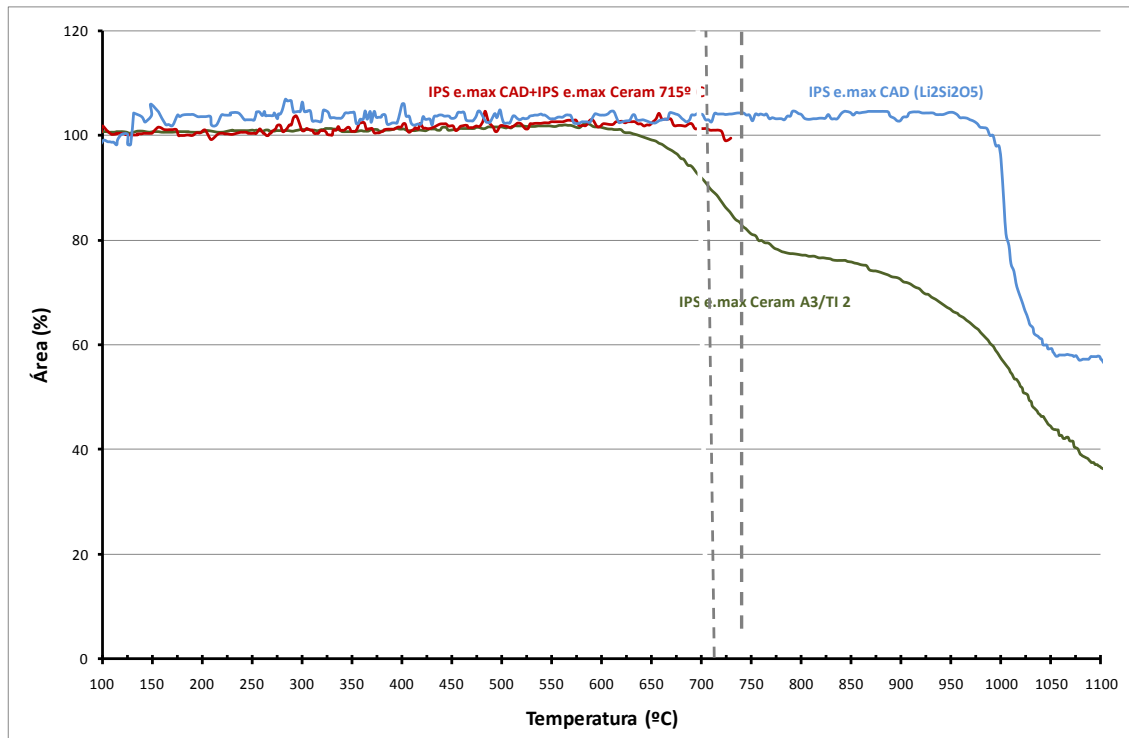


Figura 4.35. Gráfica comparativa de los registros obtenidos con IPS e.max[®] Ceram (recubrimiento) sobre IPS e.max[®] CAD (sustrato). Variación del área de la muestra (en tanto por ciento) frente a la temperatura (en °C).

4.2.3. IPS e.max[®] ZirCAD + ZirLiner / IPS e.max[®] Ceram vs. IPS e.max[®] ZirCAD / IPS e.max[®] Ceram.

Inicialmente, se reprodujo el ciclo de cocción de la casa comercial. Para ello se aplicó sobre el sustrato IPS e.max[®] ZirCAD una capa de preparación de ZirLiner en un horno de Ivocar Vivadent, siguiendo el protocolo indicado por Ivoclar Vivadent. Temperatura máxima durante el procesado del ZirLiner: 960°C.

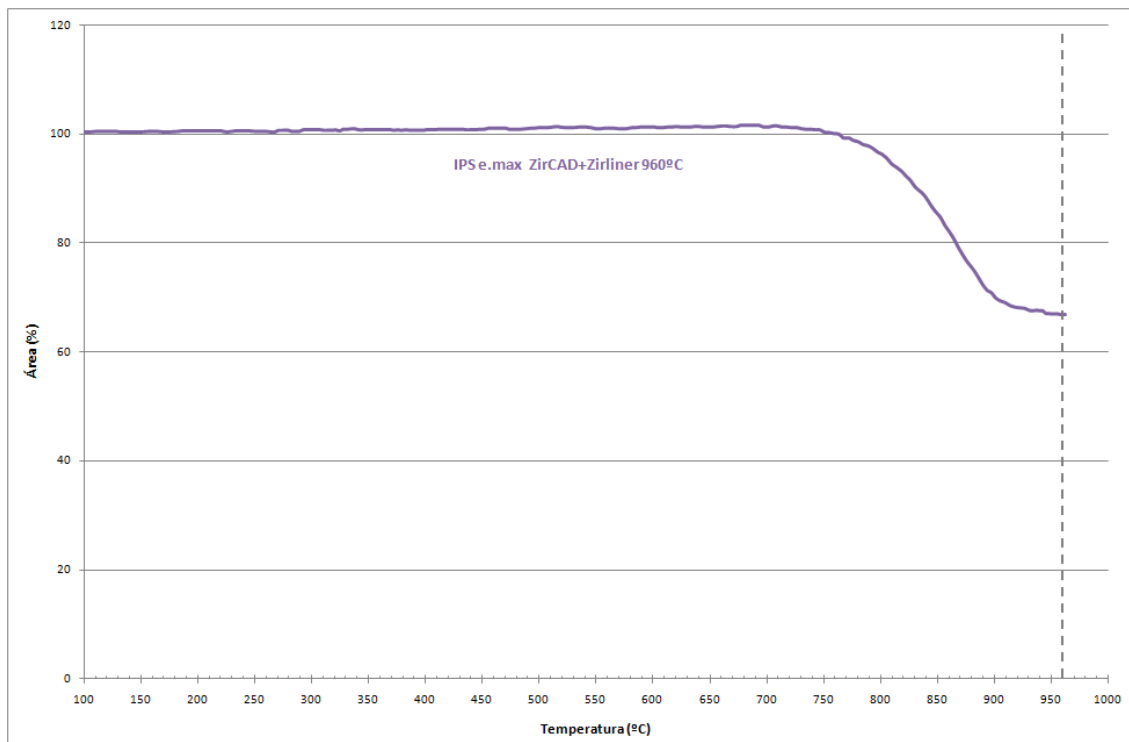


Figura 4.36. Gráfica de la microscopía de calefacción de ZirLiner sobre IPS e.max[®] ZirCAD (sustrato). Variación del área de la muestra (en tanto por ciento) frente a la temperatura (en °C). Ensayo realizado hasta 960°C.



Figura 4.37. . Imagen obtenida de la microscopía de calefacción con el software EMI 2 V 2.3 de Zirliner sobre IPS e.max[®] ZirCAD (sustrato). Fotografía superior izquierda: Temperatura ambiente (22°C). Fotografía de la derecha: 919°C.

De los datos recogidos en las Figs. 4.36 y 4.37 se deduce que la muestra de Zirliner reduce su tamaño, durante el ciclo de cocción, en casi un 20%, al pasar los 900°C de temperatura, aunque no llega a mojar al sustrato completamente. La composición de la muestra prácticamente no llega a reblandecer; lo cual, indica que la unión no es todo lo buena que cabría esperar si mojara al sustrato completamente.

Posteriormente se aplicó el recubrimiento IPS e.max[®] Ceram sobre el sustrato ZirLiner – IPS e.max[®] ZirCAD, siguiendo el ciclo de cocción recomendado por Ivoclar Vivadent. Temperatura máxima: 750°C.

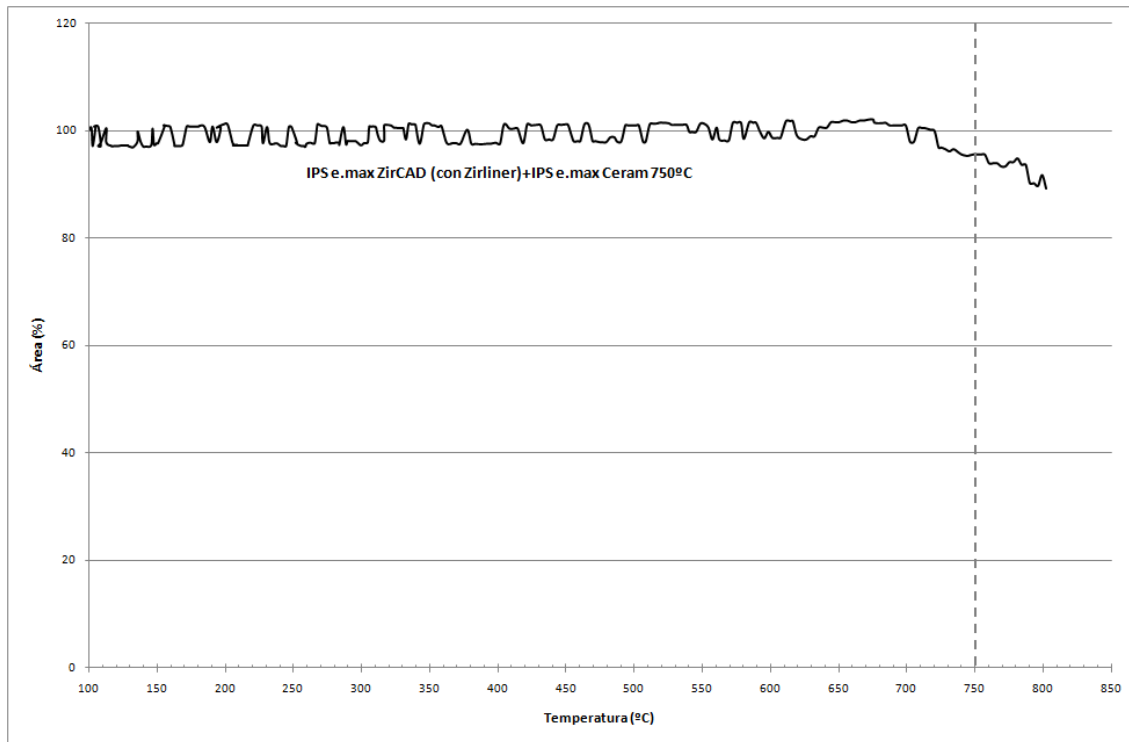


Figura 4.38. IPS e.max[®] Ceram (recubrimiento) sobre IPS e.max[®] ZirCAD (sustrato), con ZirLiner como capa intermedia. Variación del área de la muestra (en tanto por ciento) frente a la temperatura (en °C). Ensayo realizado hasta 750°C según la casa Ivoclar.

Con este ciclo de cocción, las muestras contraen levemente y la primera capa de recubrimiento cerámico no llega a mojar por completo al sustrato. En las imágenes tomadas durante la microscopía de calefacción, se observa cómo el recubrimiento ni siquiera se reblandece, o lo hace de manera muy leve, en la zona de contacto con el ZirLiner (Figs. 4.39 y 4.40).

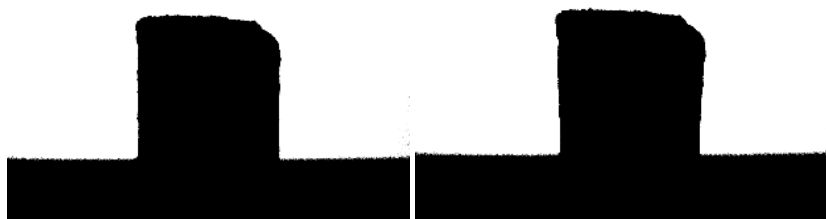


Figura 4.39. Imagen obtenida de la microscopía de calefacción con el software EMI 2 V 2.3 de IPS e.max[®] Ceram (recubrimiento) sobre ZirLiner - IPS e.max[®] ZirCAD (sustrato). Fotografía de la izquierda: Temperatura ambiente (22°C). Fotografía de la derecha: 750°C.

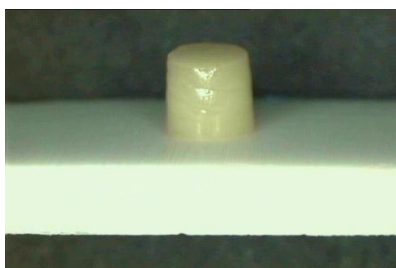


Figura 4.40. IPS e.max[®] Ceram (recubrimiento) sobre ZirLiner - IPS e.max[®] ZirCAD (sustrato). Imagen de la muestra al salir del microscopio de calefacción.

Estos resultados iniciales, mostraban un mojado deficiente del recubrimiento sobre el sustrato, a pesar de tener la capa intermedia ZirLiner, lo cual parecía que se podría mejorar aumentando la temperatura del ciclo de cocción; por lo que se pasó a determinar los puntos de fusión del sustrato y del recubrimiento cerámico para tratar de aumentar la temperatura del ciclo de cocción, manteniendo el equilibrio térmico entre las diferentes capas. De igual forma, se decidió estudiar la importancia del ZirLiner en la unión sustrato-recubrimiento y, para ello, se realizó la misma sistemática en la reproducción de los ciclos de cocción sin aplicar ZirLiner.

Para estimar si se puede mejorar la *mojabilidad*, aumentando la temperatura, se decidió realizar un ensayo empleando un ciclo de cocción equivalente al recomendado por Ivoclar Vivadent pero aumentando la temperatura máxima recomendada. Para ello, era necesario **conocer los puntos de fusión tanto de los sustratos como de los recubrimientos**, como se ha explicado en los apartados anteriores.

El caso del **sustrato IPS e.max[®] ZirCAD** (ZrO_2 estabilizado con itrio), no fue necesario determinar la temperatura de fusión, ya que, como se deduce de la Fig. 4.41 (donde se recoge el sistema $ZrO_2 - Y_2O_3$ ¹⁸⁶), el punto de fusión de éste es muy superior a la temperatura máxima que puede alcanzar el microscopio de calefacción ($\approx 1200^\circ C$).

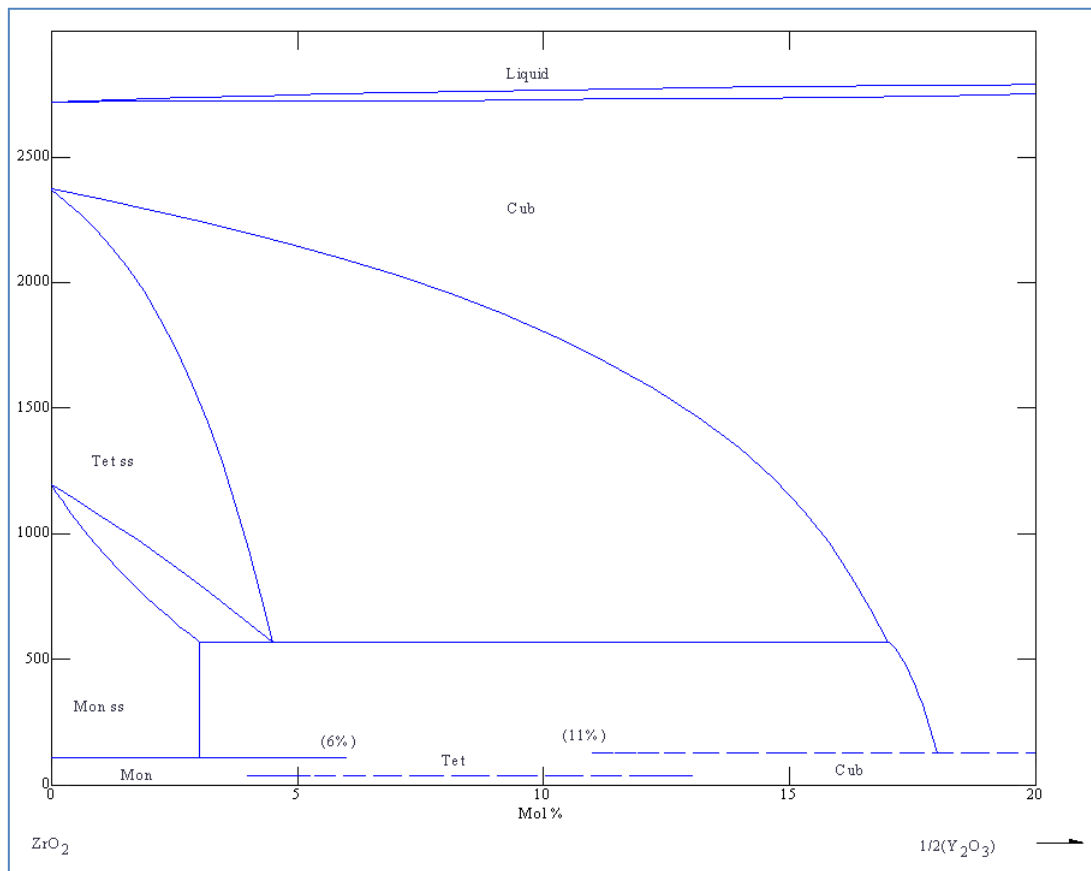


Figura 4.41. Sistema $ZrO_2 - Y_2O_3$ en % molar ;**Error! Marcador no definido.** En este gráfico se observa cómo el Circonio tiene un punto de fusión superior a los 2500°C, aunque sufre la primera transformación de fase sobre los 1200 °C.

Para estimar si se puede mejorar la *mojabilidad*, aumentando la temperatura de los ciclos de cocción, se decidió igualmente, determinar el **punto de fusión del recubrimiento IPS e.max[®] Ceram**.

Al tratarse del mismo recubrimiento cerámico que el empleado en el grupo IPS e.max[®] Press / IPS e.max[®] Ceram e IPS e.max[®] CAD / IPS e.max[®] Ceram, este apartado se corresponde íntegramente con los de esos grupos de investigación.

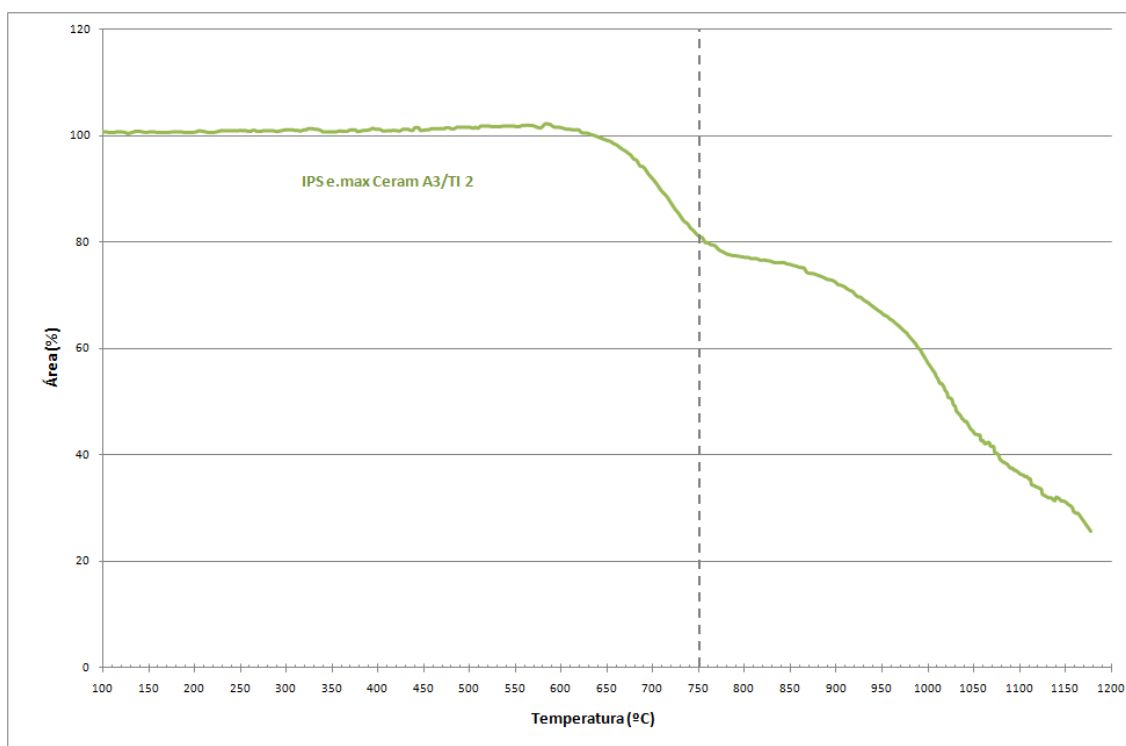


Figura 4.42. Determinación del punto de fusión de IPS e.max[®] Ceram (recubrimiento) sobre platino (Pt). Variación del área de la muestra (en tanto por ciento) frente a la temperatura (en °C). Ensayo realizado hasta 1200°C con el microscopio de calefacción.

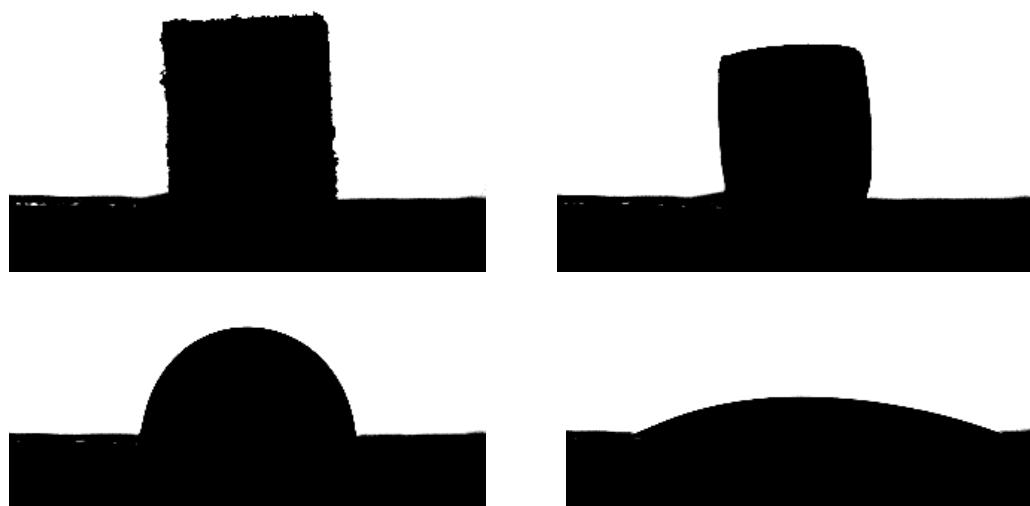


Figura 4.43. Determinación del punto de fusión sobre platino (Pt) de IPS e.max[®] Ceram (recubrimiento). Imagen obtenida con el software EMI 2 V 2.3 del microscopio de calefacción. Parte superior: imagen de la izquierda, temperatura ambiente (22°C); imagen de la derecha: 868°C (reblandecimiento). Parte inferior: imagen de la izquierda, 992°C (semiesfera); imagen de la derecha: 1178°C (fusión total-fluencia).



De estos datos se deduce que la muestra comienza a contraer a los 650°C, comenzando a reblandecer entre los 825°-868°C, donde ya hay una cantidad de vidrio apreciable. A 992°C se detecta el punto de formación de semiesfera, según las normas ISO DIN 51730 1984, ISO 540 1995-03-15 o DIN 51730 1998-04. A los 1150°C, la muestra está prácticamente fundida en su totalidad. Detectándose la fusión total y el punto de fluencia a los 1178°C.

Para estimar si se puede mejorar la *mojabilidad*, aumentando la temperatura, se decidió realizar un ensayo empleando un ciclo de cocción equivalente al recomendado por Ivoclar Vivadent pero aumentando la temperatura máxima recomendada hasta alcanzar el punto de fusión del recubrimiento cerámico (**IPS.e.max[®] Ceram sobre IPS e.max[®] ZirCAD (con ZirLiner) hasta el punto de fusión**); sabiendo que el sustrato de circonio sufre una primera transformación de fase sobre los 1200°C, aunque no funda hasta los 2500°C (Fig. 4.41).

En la Fig. 4.44 se recoge el registro obtenido en el microscopio de calefacción y en la Fig. 4.45, las imágenes más características.

De estos datos se deduce claramente que la muestra comienza a contraer aproximadamente a los 700°C, comenzando a reblandecer entre los 885°-954°C, donde ya hay una cantidad de vidrio apreciable. A 1118°C se detecta el punto de formación de semiesfera, según las normas ISO DIN 51730 1984, ISO 540 1995-03-15 o DIN 51730 1998-04. A 1150°C la muestra está prácticamente fundida en su totalidad; detectándose la fusión total y el punto de fluencia a 1164°C, según las normas anteriormente citadas.

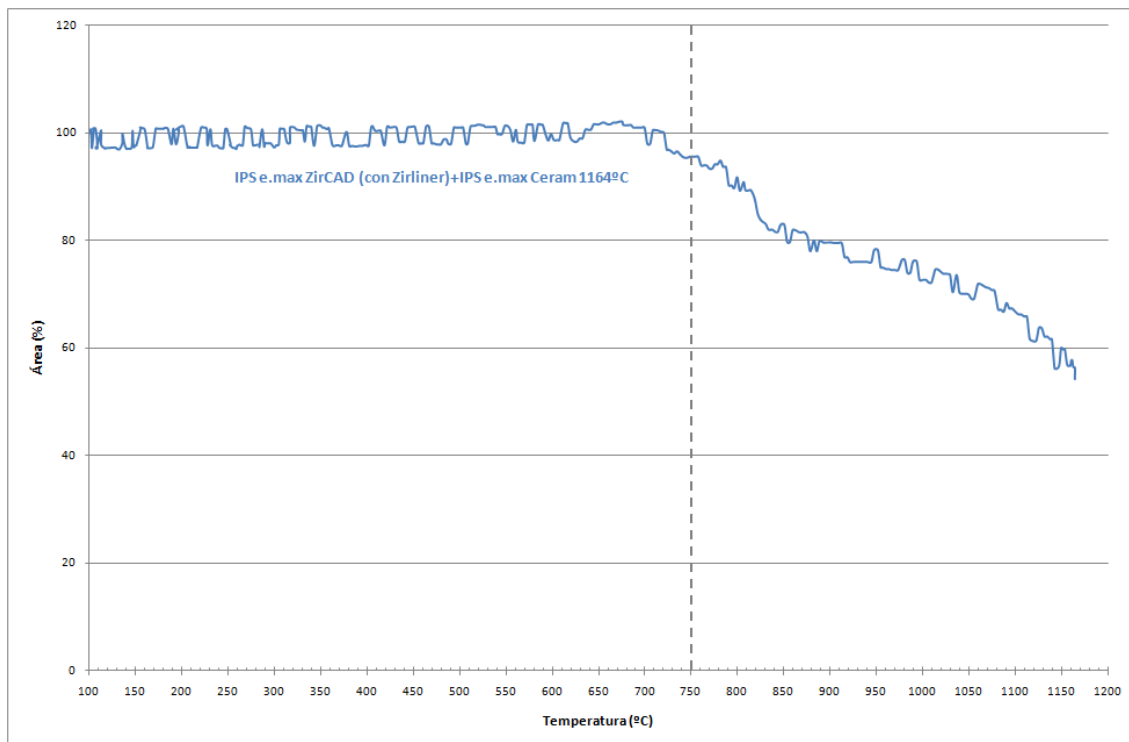


Figura 4.44. IPS e.max[®] Ceram sobre IPS e.max[®] ZirCAD+ZirLiner (Sustrato). Variación del área de la muestra (en tanto por ciento) frente a la temperatura (en °C). Ensayo realizado empleando un ciclo de cocción equivalente al recomendado por Ivoclar Vivadent pero aumentando la temperatura máxima recomendada hasta 1164°C, punto de fusión del recubrimiento.

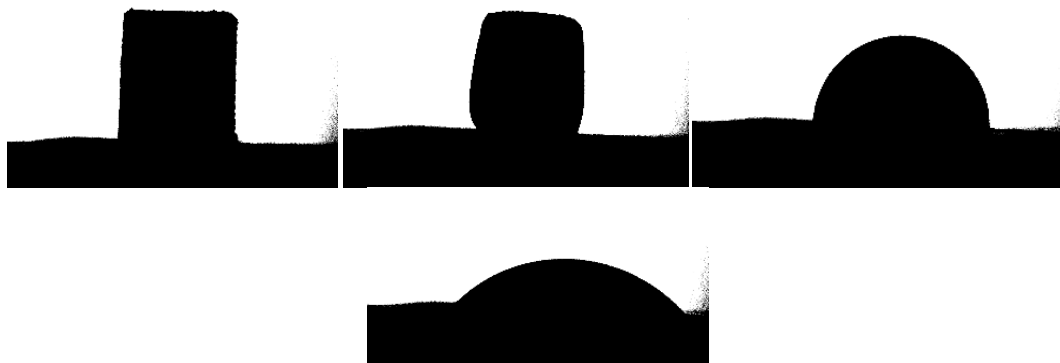


Figura 4.45. Imagen obtenida de la microscopía de calefacción con el software EMI 2 V 2.3 de IPS e.max[®] Ceram (recubrimiento) sobre ZirLiner - IPS e.max[®] ZirCAD (sustrato). Ensayo realizado empleando un ciclo de cocción equivalente al recomendado por Ivoclar pero aumentando la temperatura máxima hasta los 1164°C. Imagen superior izquierda: Temperatura ambiente (22°C). Imagen superior derecha: 954°C (reblandecimiento). Imagen inferior: 1164°C (punto de fusión del recubrimiento sobre el sustrato con ZirLiner).

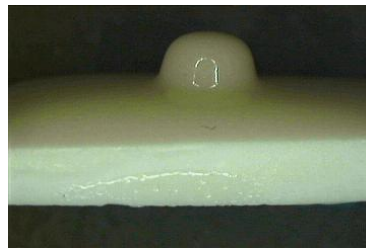


Figura 4.46. IPS e.max[®] Ceram (recubrimiento) sobre ZirLiner - IPS e.max[®] ZirCAD (sustrato) a 1118°C (semiesfera). Imagen de la muestra al salir del microscopio de calefacción tras una prueba en la que no se pudo llegar al punto de fusión del recubrimiento por problemas técnicos.

Adicionalmente, se realizó un ensayo IPS e.max[®] Ceram (recubrimiento) sobre IPS e.max[®] ZirCAD (sustrato) sin aplicar la capa intermedia de Zirliner. Para la medida se empleó un ciclo de cocción equivalente al recomendado por Ivoclar Vivadent pero **aumentando la temperatura máxima recomendada hasta el punto de fusión del recubrimiento (1164°C).**

En la Fig. 4.47 se recoge el registro obtenido en el microscopio de calefacción y en la Fig. 4.48, las imágenes más características.

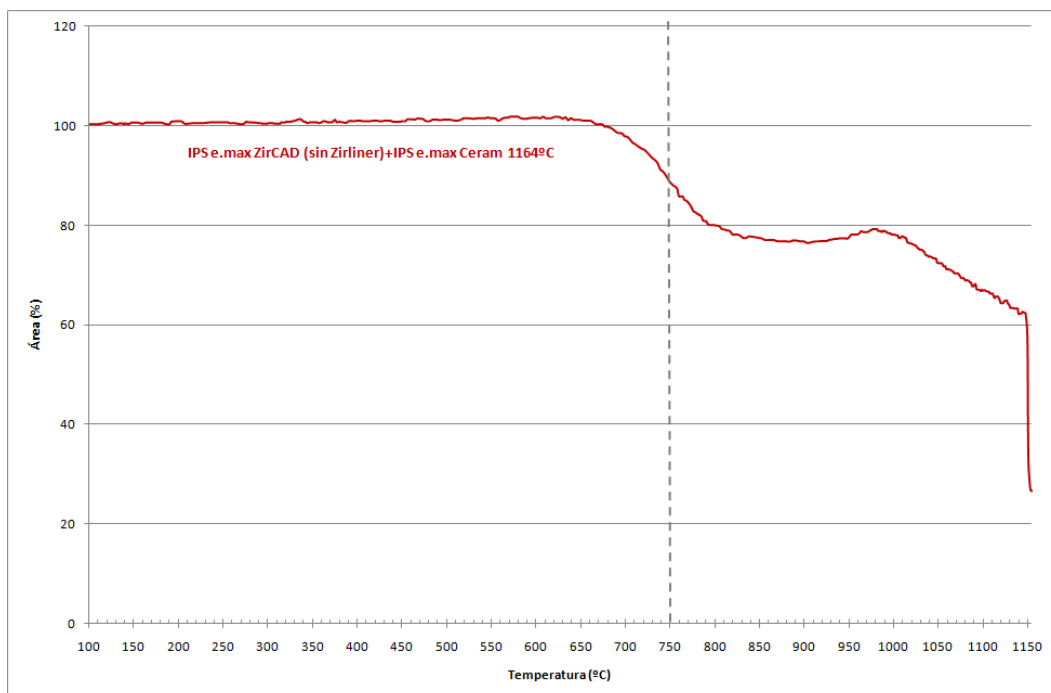


Figura 4.47. IPS e.max[®] Ceram sobre IPS e.max[®] ZirCAD sin la aplicación de ZirLiner. Variación del área de la muestra (en tanto por ciento) frente a la temperatura (en °C). Ensayo realizado empleando un ciclo de cocción equivalente al recomendado por Ivoclar Vivadent pero

aumentando la temperatura máxima recomendada hasta 1164°C, punto de fusión del recubrimiento.

De estos datos se deduce que la muestra comienza a contraer, aproximadamente, a los 700°C, comenzando a reblandecer entre los 880°-999°C, donde ya hay una cantidad de vidrio apreciable. A 935°C se detecta el punto de formación de la esfera, según las normas ISO DIN 51730 1984, ISO 540 1995-03-15 ó DIN 51730 1998-04. Este punto no se ha detectado, en la muestra con ZirLiner. Lo cual indica que el ZirLiner mejora la *mojabilidad* de la dentina sobre el sustrato. A 1039°C se detecta el punto de formación de semiesfera según las normas mencionadas. A 1150°C la muestra está prácticamente fundida en su totalidad. Detectándose la fusión total y el punto de fluencia a 1164°C, según las normas anteriormente citadas.

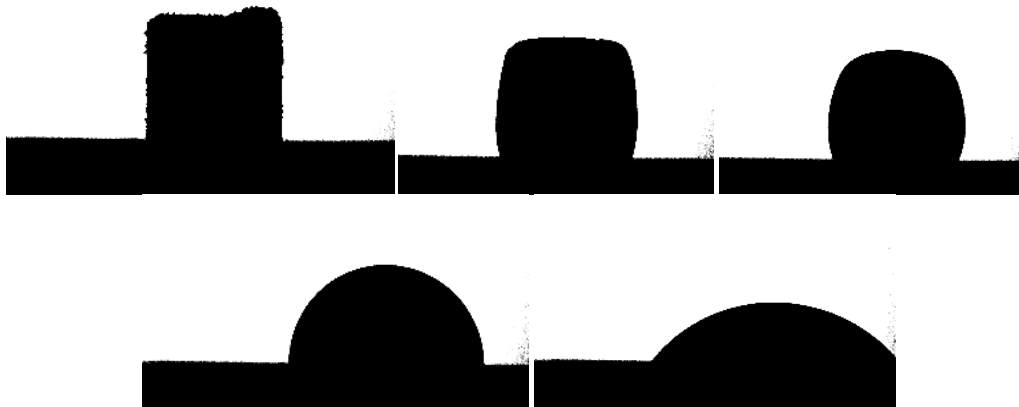


Figura 4.48. Imagen obtenida de la microscopía de calefacción con el software EMI 2 V 2.3 de IPS e.max® Ceram (recubrimiento) sobre IPS e.max® ZirCAD (sustrato) sin ZirLiner. Ensayo realizado empleando un ciclo de cocción equivalente al recomendado por Ivoclar pero aumentando la temperatura máxima hasta los 1164°C. Imagen superior izquierda: Temperatura ambiente (22°C). Imagen central superior: 899°C (reblandecimiento). Imagen superior derecha: 935°C (esfera). Imagen inferior izquierda: 1039°C (semiesfera). Imagen inferior derecha: 1164°C (punto de fusión del recubrimiento).

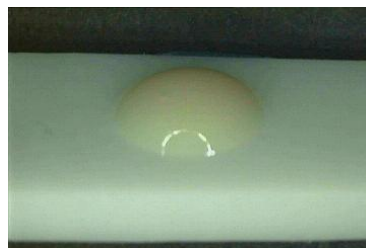


Figura 4.49. IPS e.max® Ceram (recubrimiento) sobre IPS e.max® ZirCAD (sustrato) a 1164°C (fusión). Imagen de la muestra al salir del microscopio de calefacción.



De todos los datos expuestos hasta el momento, se puede hacer una **comparativa de los resultados obtenidos en el grupo IPS e.max[®] ZirCAD + ZirLiner / IPS e.max[®] Ceram vs. IPS e.max[®] ZirCAD / IPS e.max[®] Ceram**, que se resumen en la gráfica de la Fig. 4.50.

Se observa que un aumento de la temperatura del tratamiento térmico debería mejorar la *mojabilidad* entre ambos materiales y, por lo tanto, su unión. En este caso, no hay peligro de reblandecimiento ni de fusión del sustrato hasta temperaturas muy elevadas (ver Fig. 4.41). Por otro lado, el rango de estabilidad del óxido de circonio estabilizado con itrio en su forma tetragonal (composición y estructura del sustrato) es muy amplio como se puede ver en dicha Fig. 4.41, permitiendo un amplio margen de cocción. El tratamiento térmico debería estar por debajo de 1500°C para no sobrepasar la temperatura de sinterización del sustrato. Un posible rango sería entre los 890°C y los 1164°C, aproximadamente. Sin tener en cuenta que, evidentemente, este aumento de temperatura puede afectar a las propiedades estéticas del recubrimiento, al igual que a otras propiedades físicas y químicas como son el equilibrio entre los CET, la disminución de la resistencia del circonio debido a procesos de envejecimiento como se comentará en la discusión.

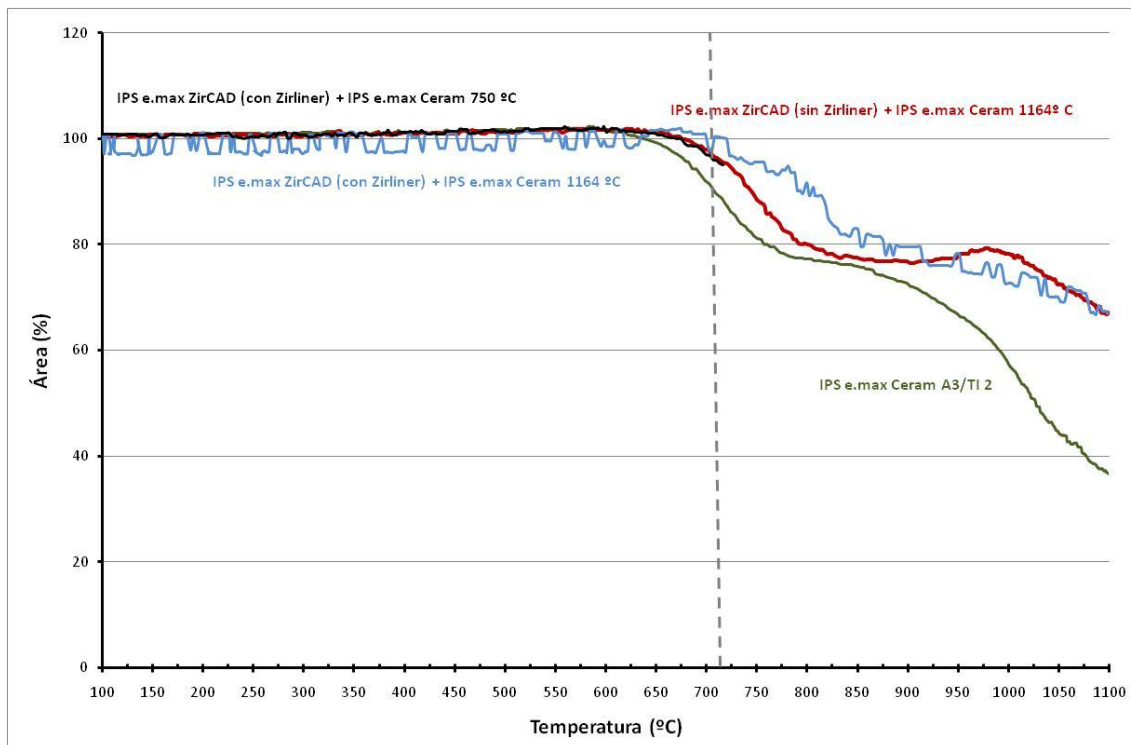


Figura 4.50. Gráfica comparativa de los registros obtenidos del grupo IPS e.max® ZirCAD/IPS e.max® Ceram. Variación del área de la muestra (en tanto por ciento) frente a la temperatura (en °C). Ensayo realizado con la capa intermedia ZirLiner y sin ella.

Con respecto al papel que juega en la unión ceramocerámica la capa intermedia de ZirLiner, según las pruebas de microscopía de calefacción, cabe destacar que se han obtenido mejores resultados en cuanto a mojabilidad del recubrimiento sobre el sustrato, en el grupo con ZirLiner. Así, en el grupo sin ZirLiner, a los 935°C se detecta un punto de formación de esfera que no aparece en el grupo que posee ZirLiner. Esta forma de esfera se caracteriza por presentar ángulos de mojado que son contrarios al proceso de mojabilidad, lo cual indica que **el ZirLiner favorece la mojabilidad inicial del recubrimiento sobre el sustrato.**

4.2.4. IPS e.max[®] ZirCAD / IPS e.max[®] ZirPress.

En el grupo formado por el sustrato cerámico IPS e.max[®] ZirCAD y el recubrimiento IPS e.max[®] ZirPress, no se han realizado pruebas de microscopía de calefacción puesto que este recubrimiento cerámico se inyecta a presión sobre el sustrato, por lo que no existe un ciclo de cocción que se pueda reproducir y analizar mediante esta técnica.

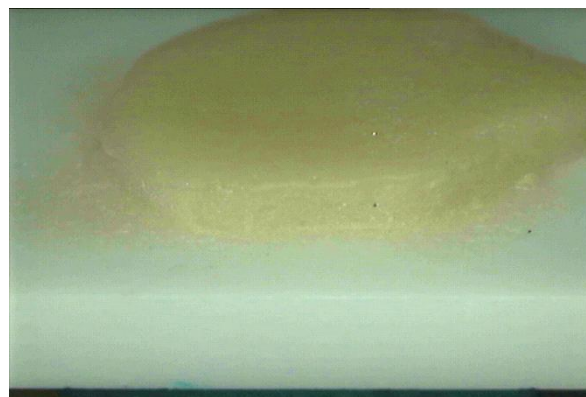


Figura 4.51. Imagen de IPS e.max[®] ZirPress (recubrimiento) sobre IPS e.max[®] ZirCAD (sustrato), tras el proceso de inyección a presión realizado por Ivoclar.

4.2.5. Lava[®] / Lava[®] Ceram.

Inicialmente se **reprodujo el ciclo de cocción recomendado por la casa comercial 3M para Lava[®] Ceram (recubrimiento) sobre Lava[®] Frame (sustrato)**, cuya temperatura máxima es de 840°C.

En la Fig. 4.52 se recoge el registro obtenido por microscopía de calefacción y en la Fig. 4.53 las imágenes más características.

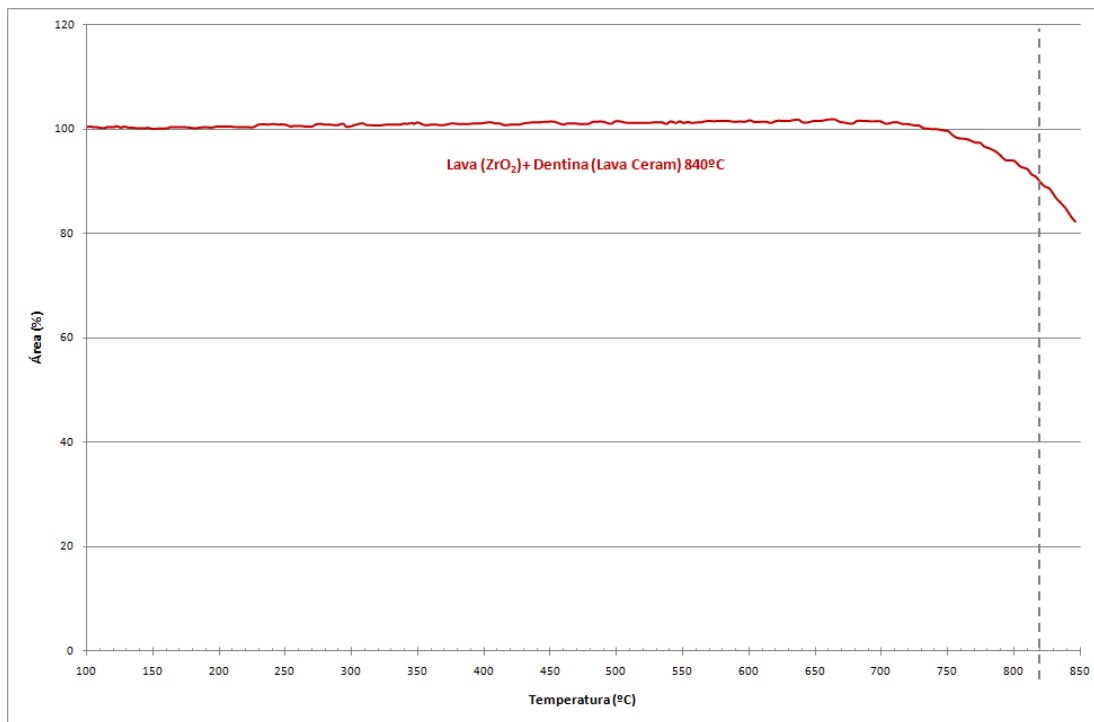


Figura 4.52. Gráfica de la microscopía de calefacción de Lava® Ceram (recubrimiento) sobre Lava® Frame (sustrato). Variación del área de la muestra (en tanto por ciento) frente a la temperatura (en °C). Ensayo realizado reproduciendo el ciclo de cocción aconsejado por 3M. Temperatura máxima: 840°C.

Estos resultados iniciales, mostraban un mojado deficiente del recubrimiento sobre el sustrato, lo cual parecía que se podría mejorar aumentando la temperatura del ciclo de cocción; por lo que se pasó a determinar los puntos de fusión del recubrimiento cerámico y del sustrato para tratar de aumentar la temperatura del ciclo de cocción, manteniendo el equilibrio térmico entre ambas capas.

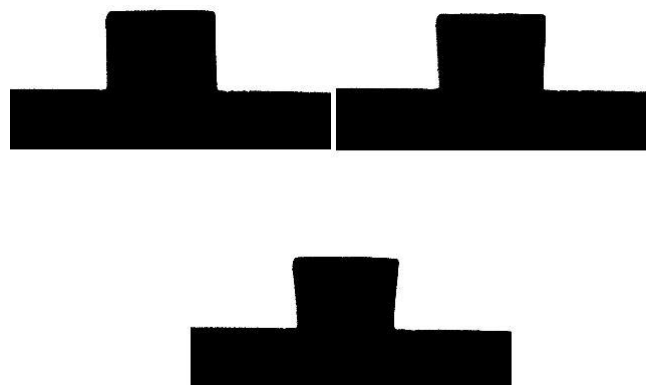


Figura 4.53. Imagen obtenida de la microscopía de calefacción con el software EMI 2 V 2.3 de Lava® Ceram (recubrimiento) sobre Lava® Frame (sustrato). Ensayo realizado empleando un ciclo de cocción equivalente al recomendado por 3M. Imagen superior izquierda: Temperatura ambiente (22°C). Imagen superior derecha: 793°C (inicio contracción). Imagen inferior centrada: 840°C.

Ya que este sistema no utiliza ningún tipo de capa intermedia que favorezca la unión sustrato-recubrimiento y debido a los resultados positivos que obtuvimos con la capa de ZirLiner en el grupo anterior, se decidió realizar un segundo ciclo de cocción sobre una fina capa de recubrimiento que el propio laboratorio de la casa comercial nos había proporcionado. Por lo tanto, este ensayo también se realizó aplicando dos capas de Lava[®] Ceram (recubrimiento) sobre Lava[®] Frame (sustrato) siguiendo el ciclo de cocción recomendado por 3M. Temperatura máxima: 840°C. En la Fig. 4.54 se recoge el registro obtenido por microscopía de calefacción y en la Fig. 4.55, las imágenes más características.

En este caso, no se obtuvieron diferencias, en la microscopía de calefacción, entre la muestra que fue sometida al ciclo de cocción del recubrimiento directamente sobre el sustrato de circonio y la que previamente había sido preparada con una fina capa del propio recubrimiento en los laboratorios de 3M y después se sometió, en el microscopio de calefacción, al ciclo de cocción aconsejado por 3M .

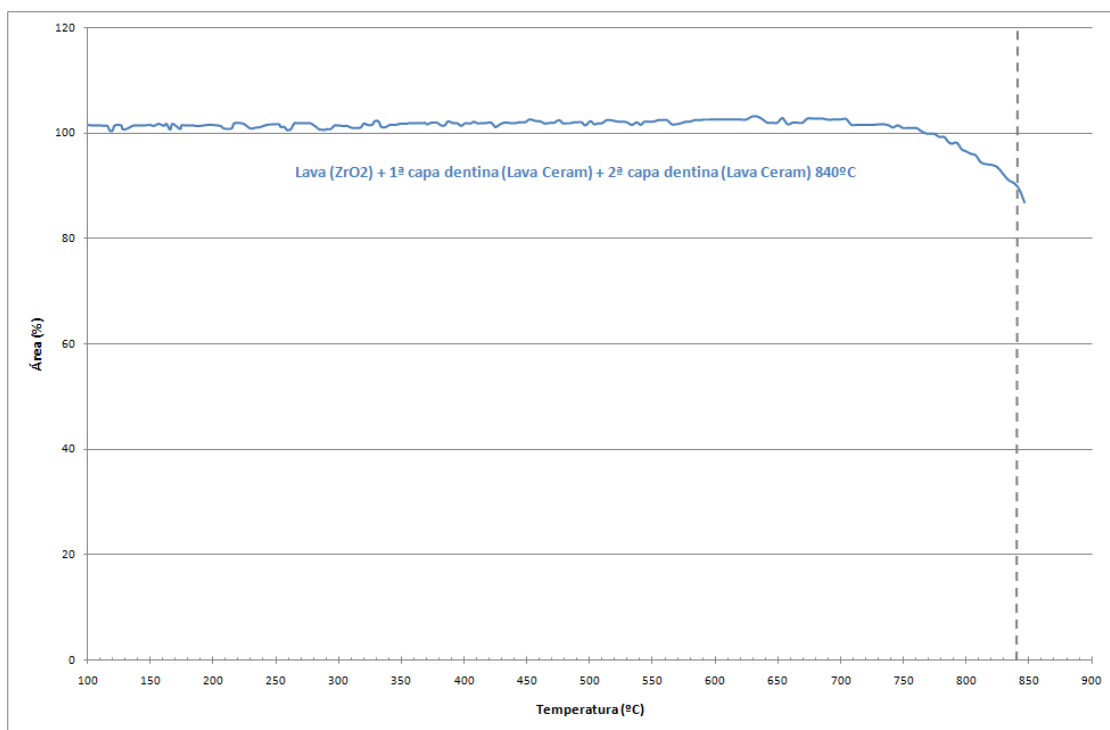


Figura 4.54. Gráfica de la microscopía de calefacción de Lava[®] Ceram (recubrimiento) sobre Lava[®] Frame (sustrato) con una capa previa de Lava[®] Ceram. Variación del área de la muestra (en tanto por ciento) frente a la temperatura (en °C). Ensayo realizado reproduciendo el ciclo de cocción aconsejado por 3M. Temperatura máxima: 840°C.



Figura 4.55. Imagen obtenida de la microscopía de calefacción con el software EMI 2 V 2.3 de Lava[®] Ceram (recubrimiento) sobre Lava[®] Frame (sustrato) con una capa previa de Lava[®] Ceram. Ensayo realizado empleando un ciclo de cocción equivalente al recomendado por 3M. Imagen superior izquierda: Temperatura ambiente (22°C). Imagen superior derecha: 838°C (leve contracción del recubrimiento).

Para estimar si se puede mejorar la *mojabilidad*, aumentando la temperatura, se decidió realizar un ensayo empleando un ciclo de cocción equivalente al recomendado por 3M pero aumentando la temperatura máxima recomendada hasta el punto de fusión. Para ello, era necesario conocer **los puntos de fusión tanto de los sustratos como de los recubrimientos**, como se ha explicado en los apartados anteriores.

En el caso del **sustrato Lava[®] Frame** (ZrO_2 estabilizado con itrio), no fue necesario determinar la temperatura de fusión, ya que, como se dedujo de la Fig. 4.41 (donde se recogía el sistema $ZrO_2 - Y_2O_3$ ¹⁸⁶), el punto de fusión de éste es muy superior a la temperatura máxima que puede alcanzar el microscopio de calefacción ($\approx 1200^\circ C$).

Para estimar si se puede mejorar la *mojabilidad* aumentando la temperatura de los ciclos de cocción, se decidió, al igual que en los grupos anteriores, determinar el **punto de fusión de Lava[®] Ceram** de 3M.

En la Fig. 4.56 se recoge el registro obtenido en el microscopio de calefacción de una pequeña muestra de Lava[®] Ceram de 3x4 mm de diámetro y altura, respectivamente, que se colocó sobre una lámina de platino para conocer su punto de fusión. En la Fig. 4.57 se muestran las imágenes más características.

De estos datos se deduce que la muestra comienza a contraer aproximadamente a los $700^\circ C$, comenzando a reblandecer entre los $850^\circ-900^\circ C$. A $990^\circ C$ se detecta el punto de formación de semiesfera según las normas ISO DIN 51730 1984, ISO 540 1995-03-

15 o DIN 51730 1998-04. A 1150°C la muestra está prácticamente fundida en su totalidad. Detectándose la fusión total y el punto de fluencia a 1134°C, siguiendo las normas anteriormente citadas.

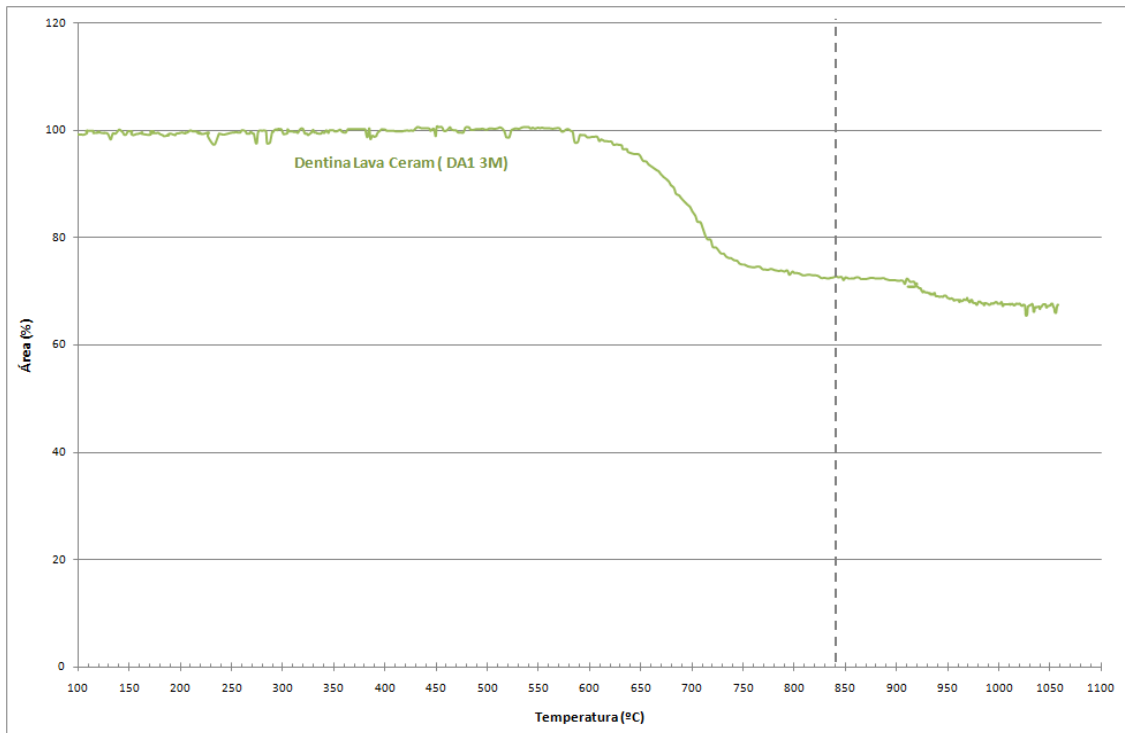


Figura 4.56. Gráfica de la microscopía de calefacción de Lava[®] Ceram (recubrimiento). Determinación del punto de fusión sobre platino (Pt). Variación del área de la muestra (en tanto por ciento) frente a la temperatura (en °C).

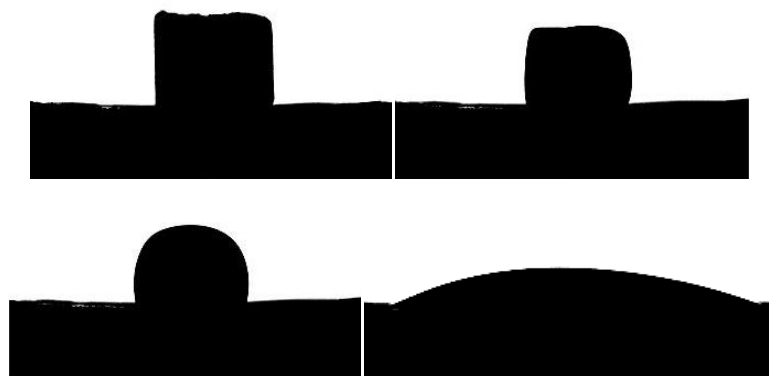


Figura 4.57. Imagen obtenida de la microscopía de calefacción con el software EMI 2 V 2.3 de Lava[®] Ceram (recubrimiento) sobre platino (Pt) para determinar El punto de fusión. Imagen superior izquierda: Temperatura ambiente (22°C). Imagen superior derecha: 855°C (reblandecimiento). Imagen inferior izquierda: 913°C (aproximación a semiesfera). Imagen inferior derecha: 1134°C (fusión total-fluencia).

Para estimar si se puede mejorar la *mojabilidad*, aumentando la temperatura, se decidió realizar un ensayo empleando un ciclo de cocción equivalente al indicado por 3M pero aumentando la temperatura máxima recomendada hasta el punto de fusión (**Lava[®] Ceram sobre Lava[®] Frame hasta el punto de fusión**). Se elevó la temperatura hasta los 1134°C (temperatura estimada previamente y a la cual se asegura la mojabilidad del recubrimiento, sin riesgo de provocar alteración del sustrato de circonio).

En la Fig. 4.58 se recoge el registro obtenido en el microscopio de calefacción y en la Fig. 4.59, las imágenes más características.

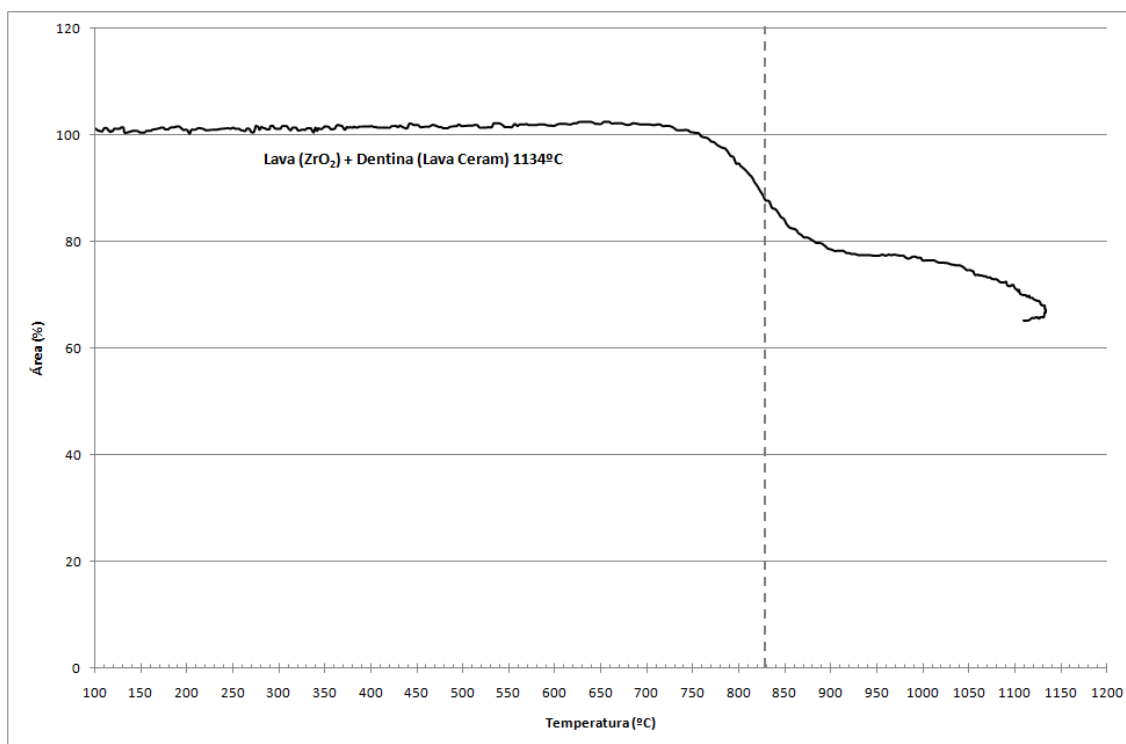


Figura 4.58. Gráfica de la microscopía de calefacción de Lava[®] Ceram (recubrimiento) sobre Lava[®] Frame (sustrato). Variación del área de la muestra (en tanto por ciento) frente a la temperatura (en °C). Ensayo realizado empleando un ciclo de cocción equivalente al recomendado por 3M pero aumentando la temperatura máxima recomendada más de 1134°C.

De estos datos se deduce que la muestra comienza a contraer, aproximadamente, a los 750°C comenzando a reblandecer entre los 940°-1020°C. A 1029°C se detecta el punto de formación de la esfera según las normas ISO DIN 51730 1984, ISO 540 1995-03-15 o DIN 51730 1998-04. A 1089°C se detecta el punto de formación de semiesfera

según las normas mencionadas. A 1134°C la muestra está prácticamente fundida en su totalidad, detectándose la fusión total y el punto de fluencia sobre el sustrato de circonio, en torno a los 1150°C.

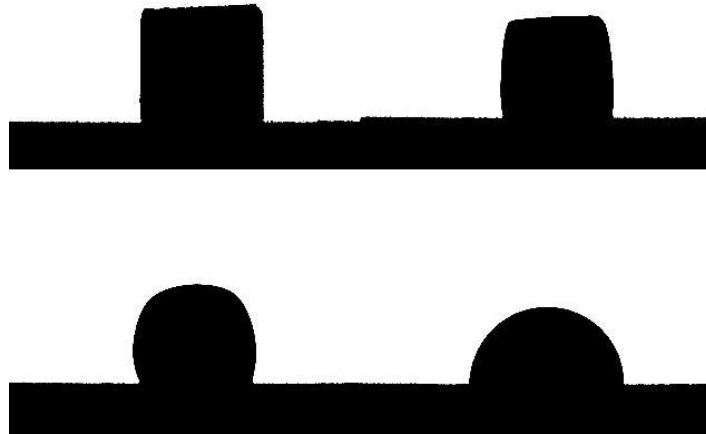


Figura 4.59. Imagen obtenida de la microscopía de calefacción con el software EMI 2 V 2.3 de Lava[®] Ceram (recubrimiento) sobre Lava[®] Frame (sustrato). Ensayo realizado empleando un ciclo de cocción equivalente al recomendado por 3M pero aumentando la temperatura máxima aconsejada. Imagen superior izquierda: Temperatura ambiente (22°C). Imagen superior derecha: 969°C (reblandecimiento). Imagen inferior izquierda: 1029°C (esfera). Imagen inferior derecha: 1134°C (semiesfera).

De todos los datos expuestos hasta el momento, se puede hacer una **comparativa de los resultados obtenidos en el grupo Lava[®] / Lava[®] Ceram**, que se resumen en la gráfica de la Fig. 4.60.

Se observa que un aumento de la temperatura del tratamiento térmico debería mejorar la *mojabilidad* entre ambos materiales y, por lo tanto, su unión. En este caso no hay peligro de reblandecimiento ni de fusión del sustrato hasta muy altas temperaturas (ver Fig. 4.41). Por otro lado, el rango de estabilidad del óxido de circonio estabilizado con itrio en su forma tetragonal (composición y estructura del sustrato) es muy amplio, como se puede ver en dicha Fig. 4.41, permitiendo un amplio margen de cocción. El tratamiento térmico debería estar por debajo de 1500°C para no sobrepasar la temperatura de sinterización del sustrato. Un posible rango sería entre los 940°C y los 1134°C, aproximadamente. Sin tener en cuenta que, evidentemente, este aumento de temperatura podría afectar a las propiedades estéticas del recubrimiento, al igual que a otras propiedades físicas y químicas como son el equilibrio entre los CET, la

disminución de la resistencia del circonio debido a procesos de envejecimiento... Estos y otros factores se tratarán en la discusión.

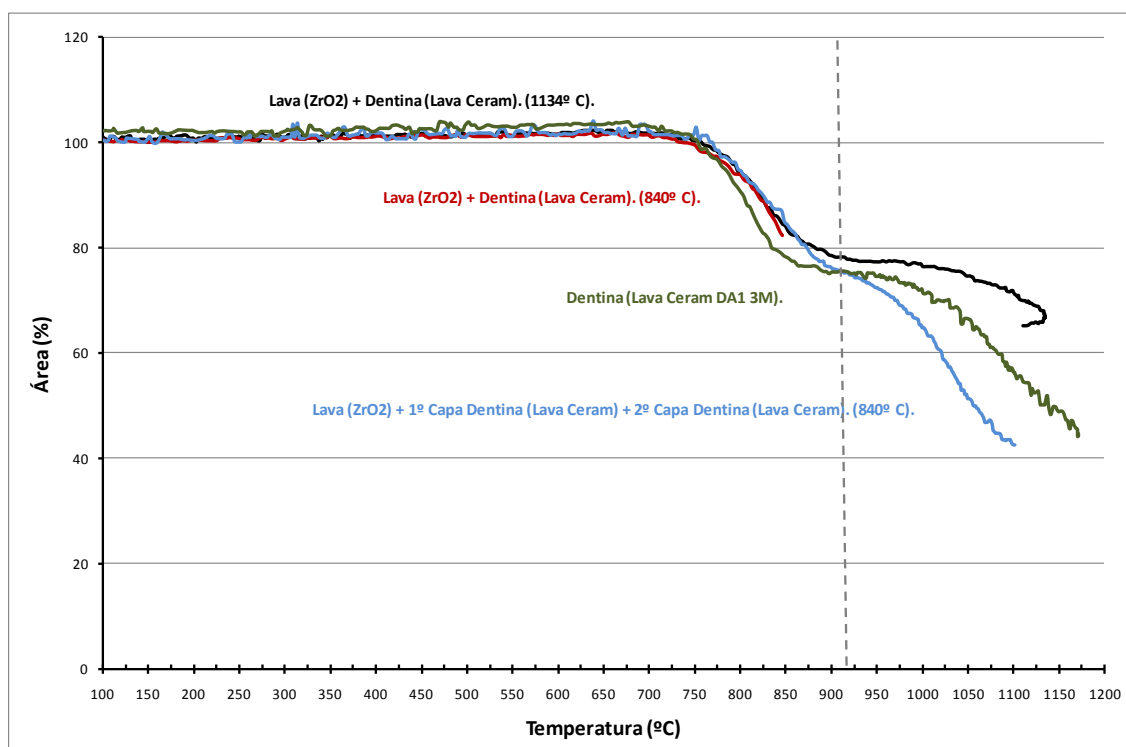


Figura 4.60. Gráfica comparativa de los registros obtenidos del grupo Lava[®]/Lava[®] Ceram. Variación del área de la muestra (en tanto por ciento) frente a la temperatura (en °C).

4.2.6. Cerapall[®] / IPS d.SIGN[®].

Inicialmente se reprodujo el ciclo de cocción recomendado por la casa comercial Ivoclar Vivadent para IPS d.SIGN[®] (recubrimiento) sobre Cerapall[®] (sustrato), cuya temperatura máxima es de 870°C. Para ello se realizaron dos ensayos, el primero con una capa intermedia de Opáquer IPS Classic[®] y el segundo sin dicha capa.

Al igual que ocurre en el resto de los grupos, con este ciclo de cocción, las muestras contraen levemente y la primera capa de recubrimiento cerámico no llega a mojar por completo al sustrato metálico. Sin embargo, a diferencia de los grupos ceramocerámicos (en los que, tras realizar este ciclo de cocción, se desprendía fácilmente el recubrimiento del sustrato cerámico con una leve fuerza digital), en este

grupo, se observó una unión recubrimiento-sustrato más fuerte, de tal forma que si se presionaba el recubrimiento cerámico, éste no se desprendía fácilmente del sustrato metálico. A pesar de ello, estos resultados mostraban un mojado deficiente del recubrimiento sobre el sustrato metálico.

Para estimar si se puede mejorar la *mojabilidad*, aumentando la temperatura, se decidió realizar un ensayo empleando un ciclo de cocción equivalente al recomendado por Ivoclar, pero aumentando la temperatura máxima recomendada hasta el punto de fusión del recubrimiento. Por lo que se pasó a determinar el **punto de fusión del recubrimiento cerámico** (en este caso, no fue necesario determinar el punto de fusión del sustrato metálico porque éste soporta temperaturas mucho más elevadas que la del punto de fusión del recubrimiento, sin sufrir ningún tipo de variación estructural).

En la Fig. 4.61 se recoge el registro obtenido en el microscopio de calefacción y en las Figs.4.62, 4.63 y 4.64, las imágenes y fotografías más características.

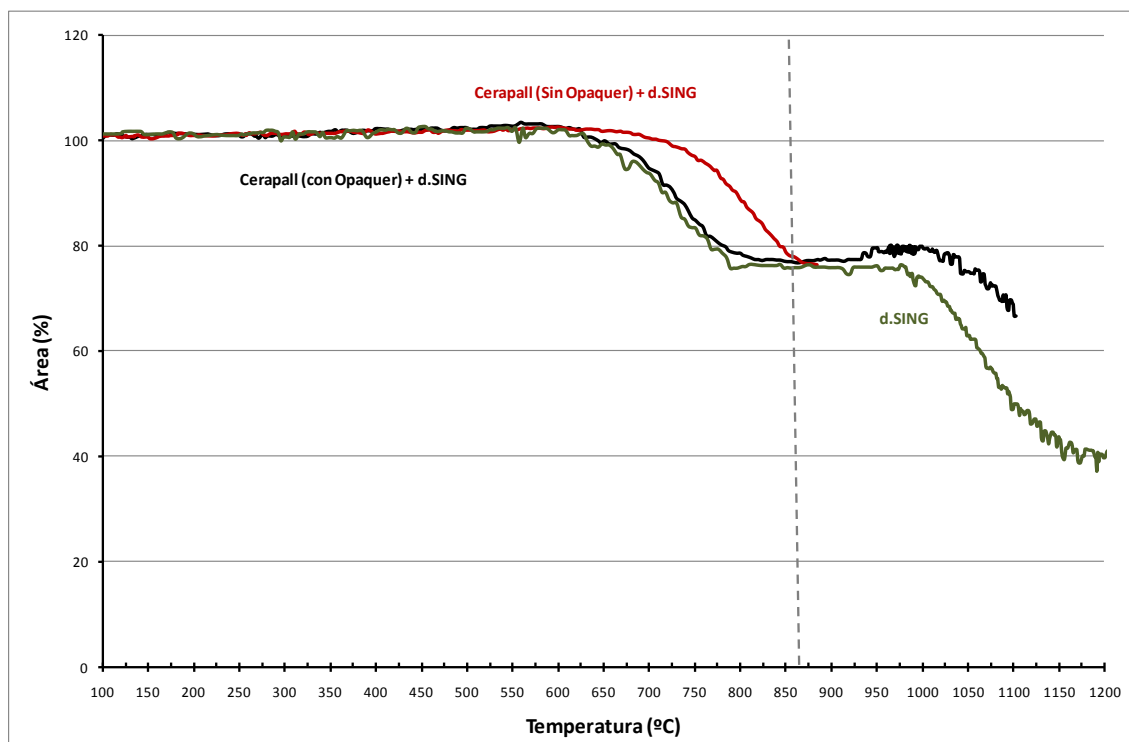


Figura 4.61. Gráfica comparativa de los registros obtenidos del grupo Cerapall® / IPS d.SIGN®. Variación del área de la muestra (en tanto por ciento) frente a la temperatura (en °C).

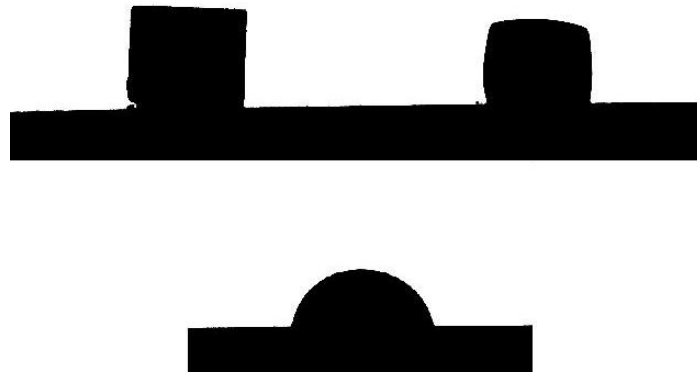


Figura 4.62. Imagen obtenida de la microscopía de calefacción con el software EMI 2 V 2.3 de IPS d.SIGN[®] (recubrimiento) sobre Cerapall[®] (sustrato). Ensayo realizado empleando un ciclo de cocción equivalente al recomendado por Ivoclar pero aumentando la temperatura máxima hasta los 1100°C. Imagen superior izquierda: Temperatura ambiente (22°C). Imagen superior derecha: 969°C (reblandecimiento). Imagen inferior centrada: 1072°C (semiesfera).

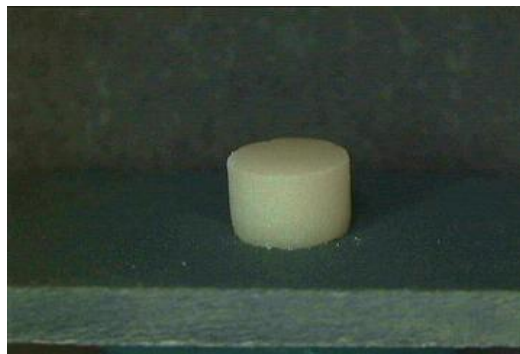


Figura 4.63. IPS d. SIGN[®] (recubrimiento) sobre Cerapall[®] (sustrato) sin Opáquer. Reproducción del ciclo de cocción a 870°C de temperatura máxima. Imagen de la muestra al salir del microscopio de calefacción.



Figura 4.64. IPS d. SIGN[®] (recubrimiento) sobre Cerapall[®] (sustrato) con Opáquer. Reproducción del ciclo de cocción aumentando la temperatura máxima a 1100°C. Imagen de la muestra al salir del microscopio de calefacción.



De los ensayos realizados con el grupo control, se deduce que aumentando la temperatura del ciclo de cocción hasta los 1100°C, punto de fusión del recubrimiento, se observa una mayor *mojabilidad*; pero, al igual que ocurre en el resto de los grupos de estudio, con esta temperatura se pierden las propiedades ópticas del recubrimiento, aunque el sustrato metálico no sufra ningún tipo de cambio estructural.

Los resultados de la microscopía de calefacción no muestran una mayor *mojabilidad* de los recubrimientos cerámicos sobre los sustratos metálicos, con respecto a los sustratos cerámicos; sin embargo, sí se puede afirmar que dichos recubrimientos cerámicos están mejor unidos a los sustratos metálicos, ya que cuesta separarlos manualmente. Esto pone de manifiesto un tipo de uniones interfaciales ceramometálicas que no se dan en la unión ceramocerámica.

4.2.7. Tilite[®] / IPS d.SIGN[®].

Inicialmente se **reprodujo el ciclo de cocción recomendado por la casa comercial** Ivoclar Vivadent para IPS d.SIGN[®] (recubrimiento) sobre Tilite[®] (sustrato), cuya temperatura máxima es de 870°C. Al que se hizo con el anterior grupo control, se realizaron dos ensayos, el primero con una capa intermedia de Opáquer IPS Classic[®] y el segundo sin dicha capa.

Con este ciclo de cocción, las muestras contraen levemente y la primera capa de recubrimiento cerámico no llega a mojar por completo al sustrato metálico. Sin embargo, a diferencia de los grupos ceramocerámicos (en los que, tras realizar este ciclo de cocción, se desprendía fácilmente el recubrimiento del sustrato cerámico con una leve fuerza digital), en este grupo, al igual que en el anterior grupo control, se observó una unión recubrimiento-sustrato más fuerte, de tal forma que si se presionaba el recubrimiento cerámico, éste no se desprendía fácilmente del sustrato metálico. A pesar de ello, estos resultados mostraban un mojado deficiente del recubrimiento sobre el sustrato metálico.

Para estimar si se puede mejorar la *mojabilidad*, aumentando la temperatura, se decidió realizar un ensayo empleando un ciclo de cocción equivalente al recomendado por Ivoclar, pero aumentando la temperatura máxima recomendada hasta el punto de fusión del recubrimiento. Por lo que se pasó a determinar el **punto de fusión del recubrimiento cerámico** (como se ha explicado en el apartado anterior, no fue necesario determinar el punto de fusión del sustrato metálico porque éste soporta temperaturas mucho más elevadas que la del punto de fusión del recubrimiento, sin sufrir ningún tipo de variación estructural).

En la Fig. 4.65 se recoge el registro obtenido en el microscopio de calefacción y en las Figs.4.66, 4.67 y 4.68, las imágenes y fotografías más características.

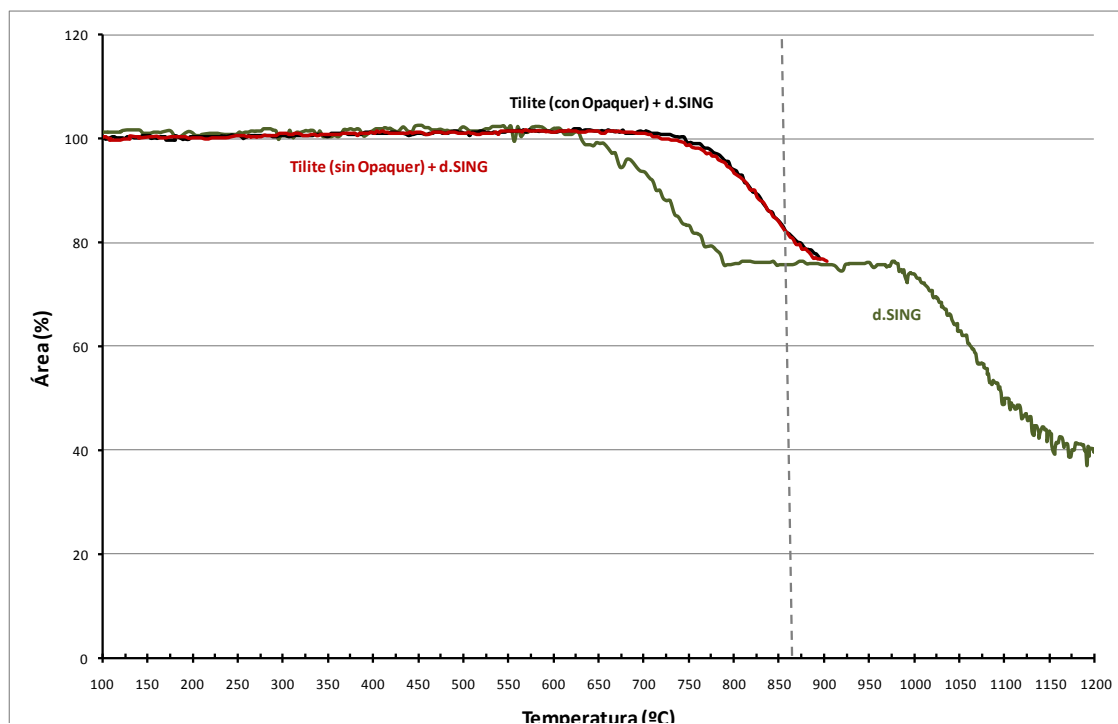


Figura 4.65. Gráfica comparativa de los registros obtenidos del grupo Tilite® / IPS d.SIGN®. Variación del área de la muestra (en tanto por ciento) frente a la temperatura (en °C).

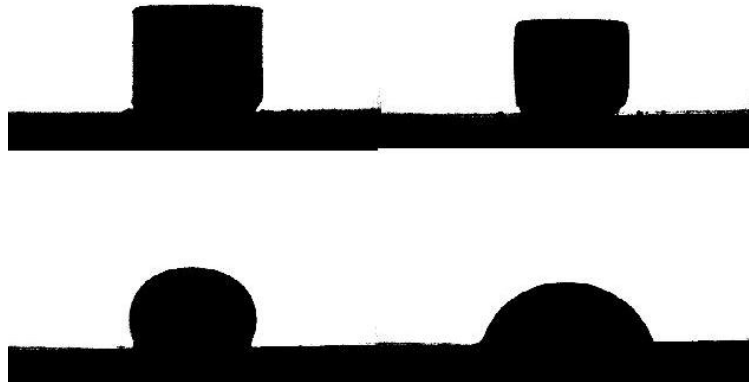


Figura 4.66. Imagen obtenida de la microscopía de calefacción con el software EMI 2 V 2.3 de IPS d.SIGN[®] (recubrimiento) sobre Tilite[®] (sustrato). Ensayo realizado empleando un ciclo de cocción equivalente al recomendado por Ivoclar pero aumentando la temperatura máxima hasta los 1100°C. Imagen superior izquierda: Temperatura ambiente (22°C). Imagen superior derecha: 900°C (reblandecimiento). Imagen inferior izquierda: 980°C (esfera). Imagen inferior derecha: 1078°C (semiesfera).



Figura 4.67. IPS d. SIGN[®] (recubrimiento) sobre Tilite[®] (sustrato) sin Opáquer. Reproducción del ciclo de cocción a 870°C de temperatura máxima. Imagen de la muestra al salir del microscopio de calefacción.



Figura 4.68. IPS d. SIGN[®] (recubrimiento) sobre Tilite[®] (sustrato) con Opáquer. Reproducción del ciclo de cocción aumentando a 870°C de temperatura máxima. Imagen de la muestra al salir del microscopio de calefacción.



De los ensayos realizados con el grupo control, se deduce que aumentando la temperatura del ciclo de cocción hasta los 1100°C, punto de fusión del recubrimiento, se observa una mayor *mojabilidad*; pero, al igual que ocurre en el resto de los grupos de estudio, con esta temperatura se pierden las propiedades ópticas del recubrimiento, aunque el sustrato metálico no sufra ningún tipo de cambio estructural, como se ha comentado en el apartado anterior.

Los resultados de la microscopía de calefacción no muestran una mayor *mojabilidad* de los recubrimientos cerámicos sobre los sustratos metálicos, con respecto a los sustratos cerámicos; sin embargo, sí se puede afirmar que dichos recubrimientos cerámicos están mejor unidos a los sustratos metálicos, ya que cuesta separarlos manualmente, como se ha comentado previamente. Esto pone de manifiesto un tipo de uniones interfaciales ceramometálicas que no se dan en la unión ceramocerámica.

4. 3. Análisis de la interfase mediante Indentaciones

A continuación se presentarán los resultados de las pruebas de carga estáticas mediante indentaciones, analizando, en cada grupo de estudio, el recorrido de las grietas generadas tras la aplicación de las cargas en las diferentes capas de las muestras. De esta forma, se determinará la estabilidad de la interfase recubrimiento-núcleo cerámico y recubrimiento-núcleo metálico.

Como se comentó en el apartado de Material y Método, las indentaciones se realizaron con tres límites de carga y en diferentes zonas de las muestras (ver Fig. 3.17):

- Baja carga (1Kg): Estas indentaciones se realizaron en el recubrimiento de todas las muestras, en la interfase (con la mitad de la indentación en el núcleo y la otra mitad en el recubrimiento) y en los núcleos de los grupos IPS e.max[®] Press / IPS e.max[®] Ceram e IPS e.max[®] CAD/ IPS e.max[®] Ceram. En los grupos con núcleos de óxido de circonio, estas cargas no se realizaron porque eran insuficientes para generar grietas.
- Media carga (30Kg): Estas indentaciones se aplicaron en los núcleos de los grupos de disilicato de litio y de óxido de circonio.
- Alta carga (50Kg): Estas indentaciones se realizaron solamente en los núcleos de los grupos de óxido de circonio. Estas cargas no se aplicaron a los núcleos de disilicato de litio puesto que eran excesivas para dicho material.

Para el análisis y la interpretación de los resultados obtenidos con esta prueba, como se explicó en el apartado de Material y Método, cabe mencionar que las grietas generadas tras la aplicación de una carga, siempre siguen el recorrido que menor resistencia les ofrece. De esta forma, **si la interfase sustrato-recubrimiento no es de buena calidad**, ofrece poca resistencia al avance de las grietas y, por lo tanto, éstas discurren a través de dicha interfase sin ningún problema. Por el contrario, **si la interfase sustrato-recubrimiento es de buena calidad**, la grieta encuentra un obstáculo para su progresión y, o bien se detiene sin avanzar más, o bien busca otro

camino que le ofrezca menor resistencia que la interfase, atravesándola o retrocediendo, pero nunca avanzando a través de ella (ver Figs. 3.19 y 3.20).

4.3.1. IPS e.max[®] Press /IPS e.max[®] Ceram.

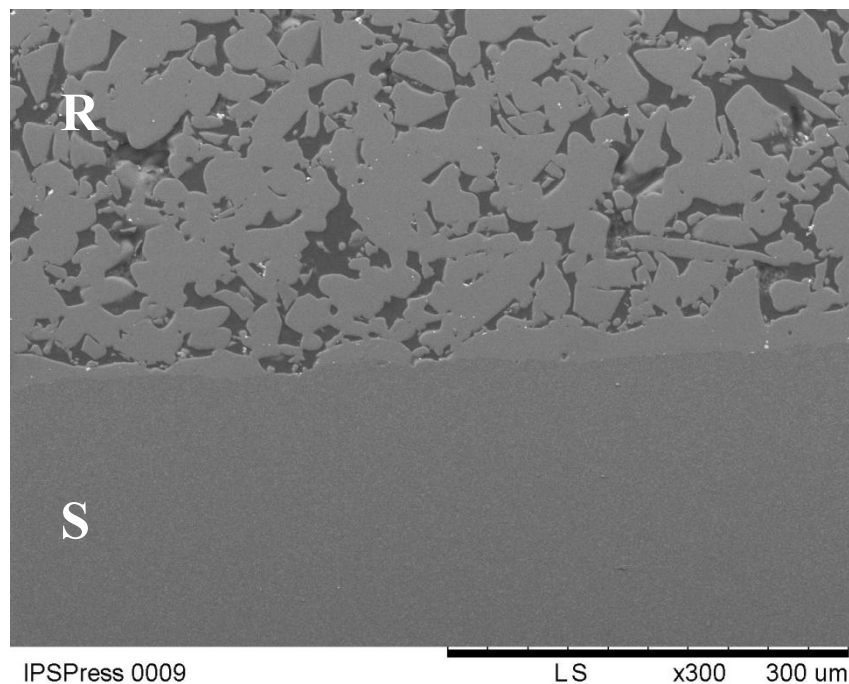


Figura 4.69. Imagen al microscopio electrónico (x300) de la interfase de la muestra IPS e.max[®]Press / IPS e.max[®]Ceram. La parte inferior de la imagen se corresponde con el sustrato de la muestra (S) y en la parte superior de la imagen se observa el recubrimiento de la muestra (R).

A continuación se exponen las imágenes más características de las indentaciones que se realizaron en este grupo.

Como se ha comentado previamente, se realizaron indentaciones a 1Kg. de carga en las diferentes capas de la muestra y a 30Kg. de carga exclusivamente en el núcleo.

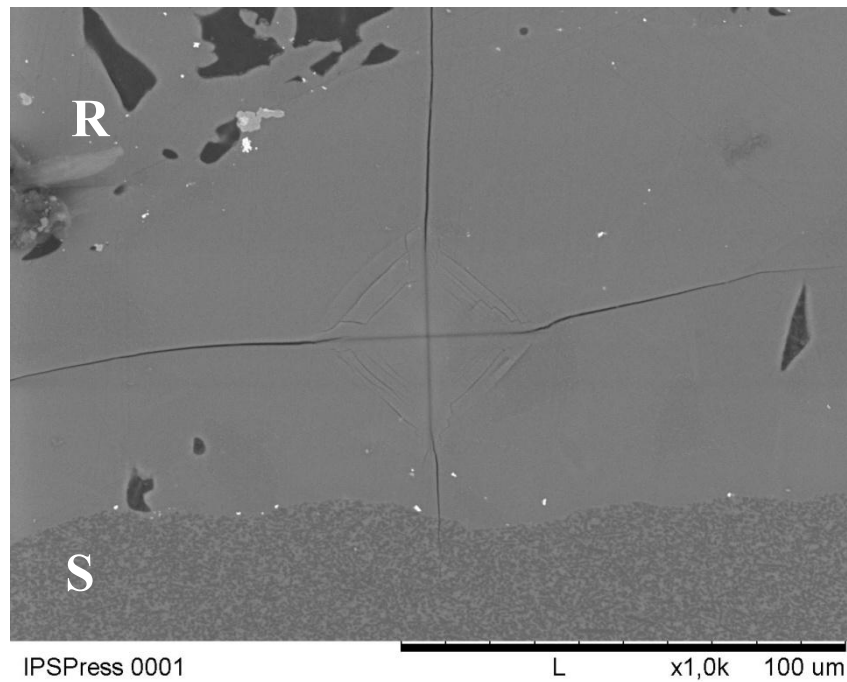


Figura 4.70. Imagen al microscopio electrónico (x1,0K) de la indentación a 1Kg realizada en el recubrimiento de la muestra IPS e.max[®]Press / IPS e.max[®]Ceram. Se observa que la grieta generada, tras la indentación, atraviesa la interfase y discurre por el sustrato.

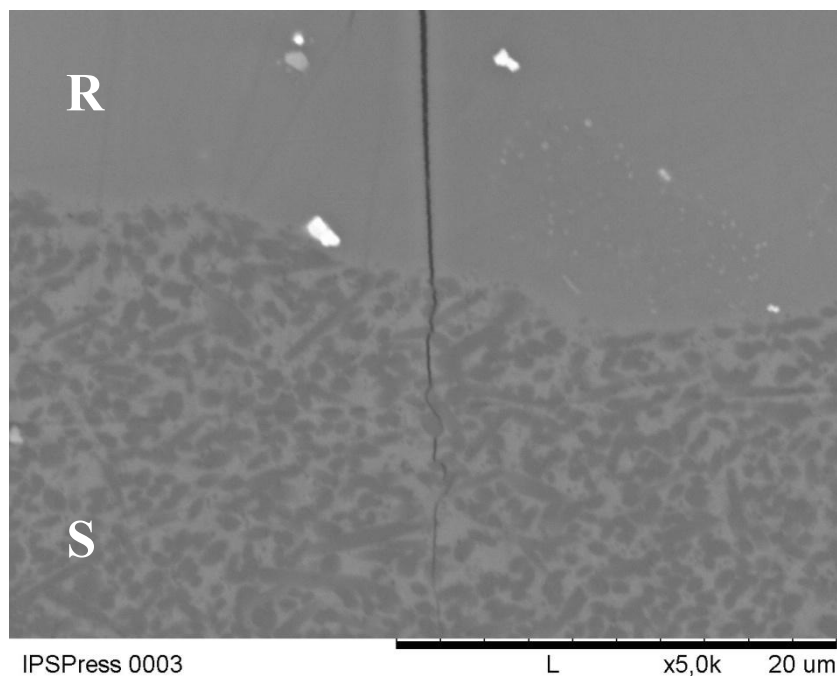


Figura 4.71. Imagen al microscopio electrónico (x5,0K) de la grieta generada tras la indentación a 1Kg realizada en el recubrimiento de la muestra IPS e.max[®]Press / IPS e.max[®]Ceram. Se observa, en detalle, cómo la grieta atraviesa la interfase y discurre por el sustrato.

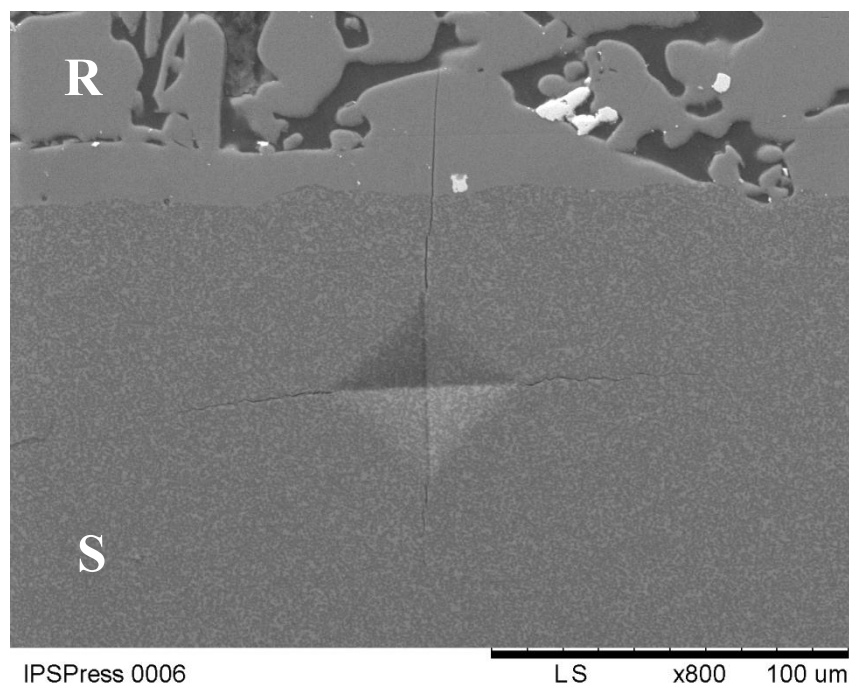


Figura 4.72. Imagen al microscopio electrónico (x800) de la indentación a 1Kg realizada en el sustrato de la muestra IPS e.max[®]Press / IPS e.max[®]Ceram. Se observa que la grieta generada, tras la indentación, atraviesa la interfase y discurre por el recubrimiento.

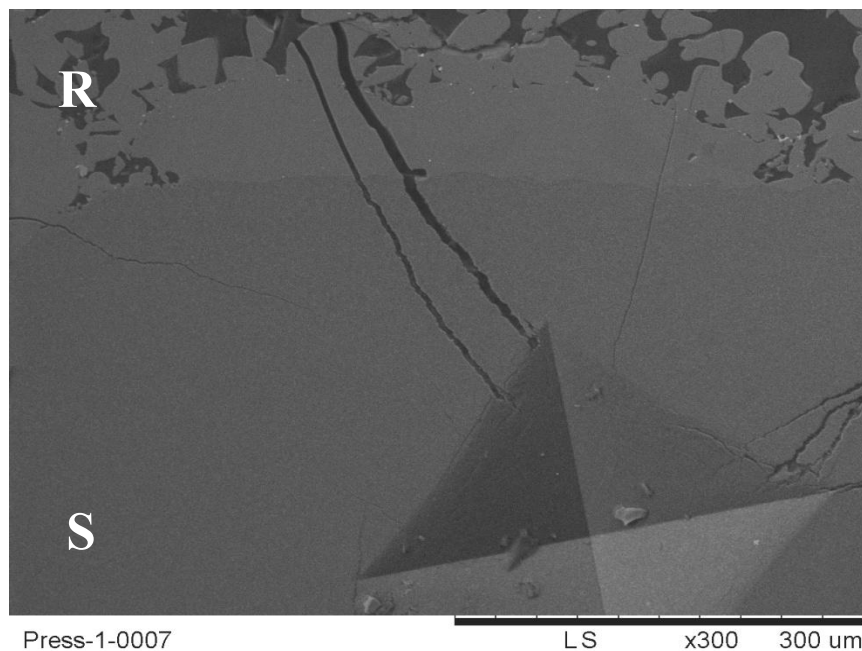


Figura 4.73. Imagen al microscopio electrónico (x300) de la indentación a 30Kg realizada en el sustrato de la muestra IPS e.max[®]Press / IPS e.max[®]Ceram. Se observa que las grietas generadas, tras la indentación, atraviesan la interfase y discurren por el recubrimiento.

En todas las pruebas de carga realizadas, la grieta que se generaba tras la indentación, sobrepasaba la interfase de manera ininterrumpida o se detenía en ella, pero

nunca avanzaba a través de la interfase. Esto indica que la interfase-sustrato recubrimiento, de este grupo, es de buena calidad y ofrece resistencia al avance de las grietas.

4.3.2. IPS e.max[®] CAD / IPS e.max[®] Ceram.

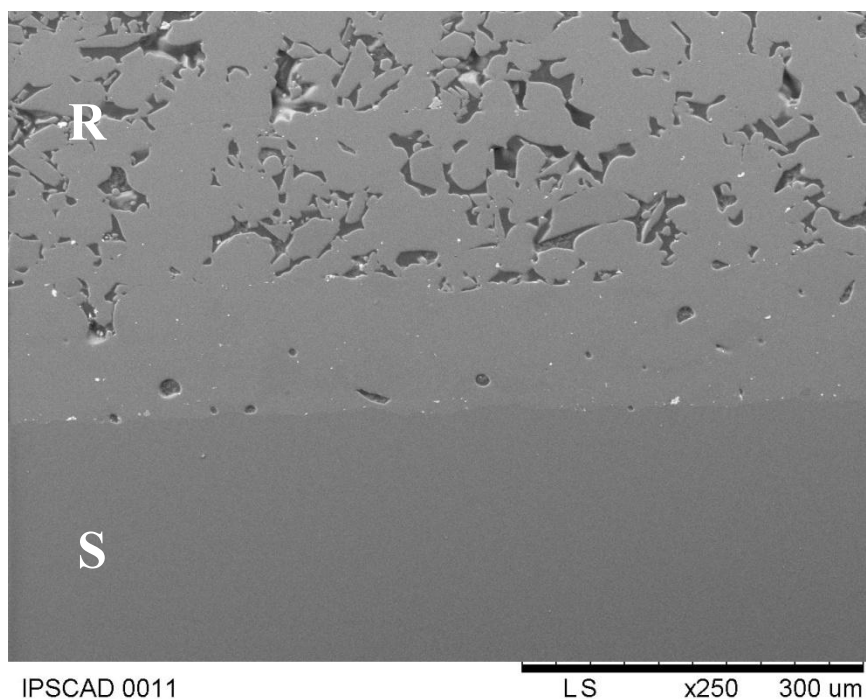


Figura 4.74. Imagen al microscopio electrónico (x250) de la interfase de la muestra IPS e.max[®]CAD / IPS e.max[®]Ceram. La parte inferior de la imagen se corresponde con el sustrato de la muestra (S) y en la parte superior de la imagen se observa el recubrimiento de la muestra (R).

A continuación se exponen las imágenes más características de las indentaciones que se realizaron en este grupo.

Como se ha comentado previamente, se realizaron indentaciones a 1Kg. de carga en las diferentes capas de la muestra y a 30Kg. de carga exclusivamente en el núcleo.

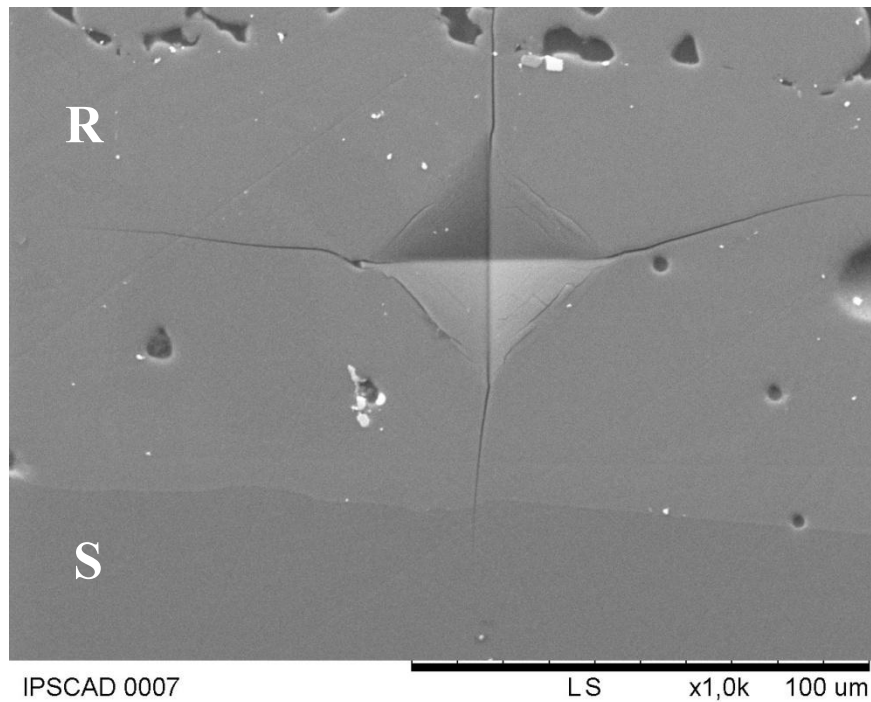


Figura 4.75. Imagen al microscopio electrónico (x1,0K) de la indentación a 1Kg realizada en el recubrimiento de la muestra IPS e.max[®]CAD / IPS e.max[®]Ceram. Se observa que la grieta generada, tras la indentación, atraviesa la interfase y discurre por el sustrato.

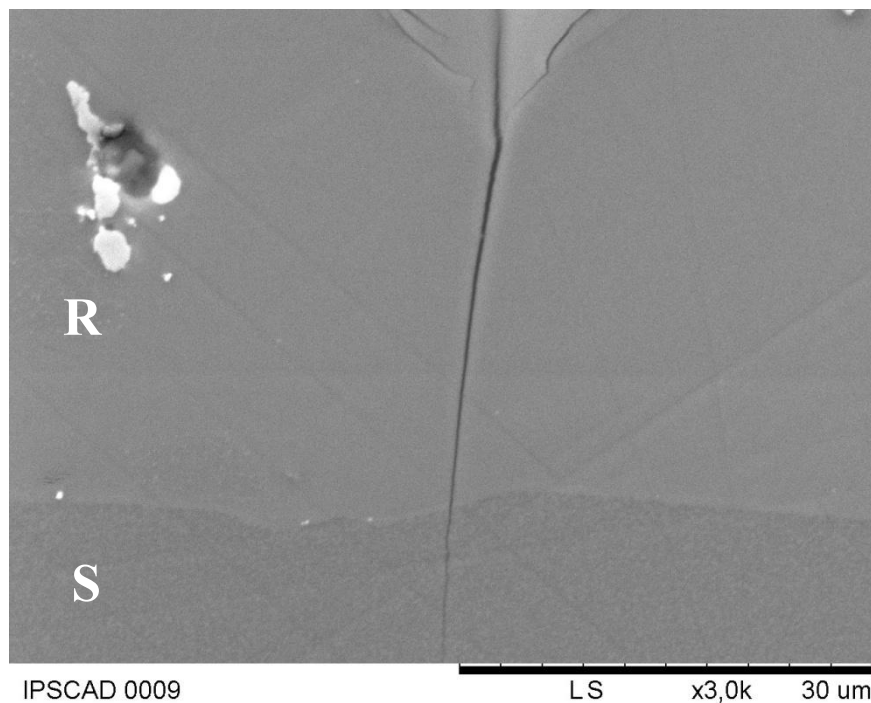


Figura 4.76. Imagen al microscopio electrónico (x3,0K) de la grieta generada tras la indentación a 1Kg realizada en el recubrimiento de la muestra IPS e.max[®]CAD / IPS e.max[®]Ceram. Se observa, en detalle, cómo la grieta atraviesa la interfase y discurre por el sustrato.

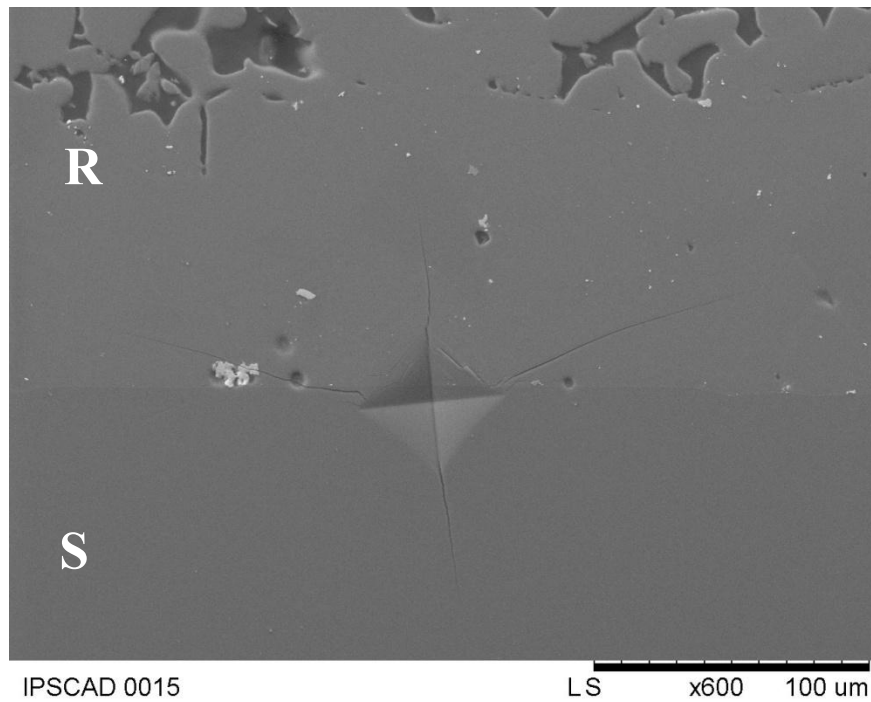


Figura 4.77. Imagen al microscopio electrónico (x600) de la indentación a 1Kg realizada en la interfase de la muestra IPS e.max[®] CAD / IPS e.max[®] Ceram. Se observa que ninguna de las grietas generadas tras la indentación discurre por la interfase, sino que avanzan por el recubrimiento.

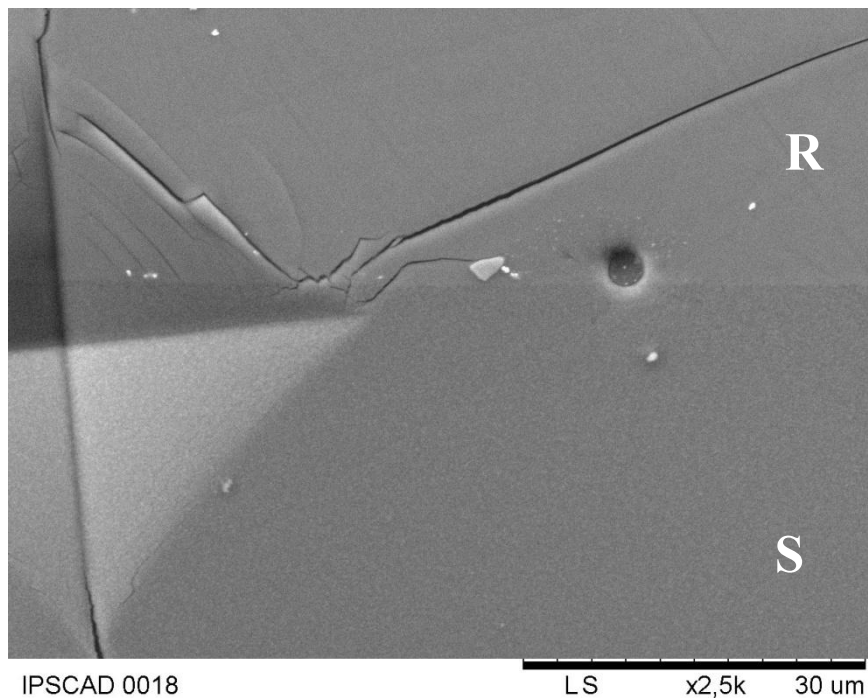


Figura 4.78. Imagen al microscopio electrónico (x2,5K) de la indentación a 1Kg realizada en la interfase de la muestra IPS e.max[®] CAD / IPS e.max[®] Ceram. Se observa, en detalle, que ninguna de las grietas generadas tras la indentación discurre por la interfase, sino que avanzan por el recubrimiento.

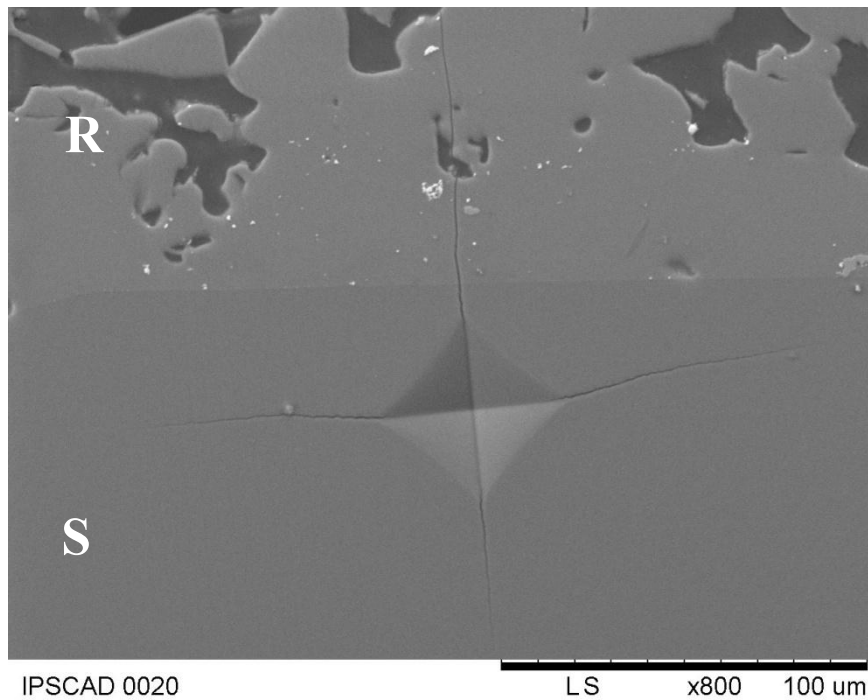


Figura 4.79. Imagen al microscopio electrónico (x800) de la indentación a 1Kg realizada en el sustrato de la muestra IPS e.max[®]CAD / IPS e.max[®]Ceram. Se observa que la grieta generada, tras la indentación, atraviesa la interfase y discurre por el recubrimiento.

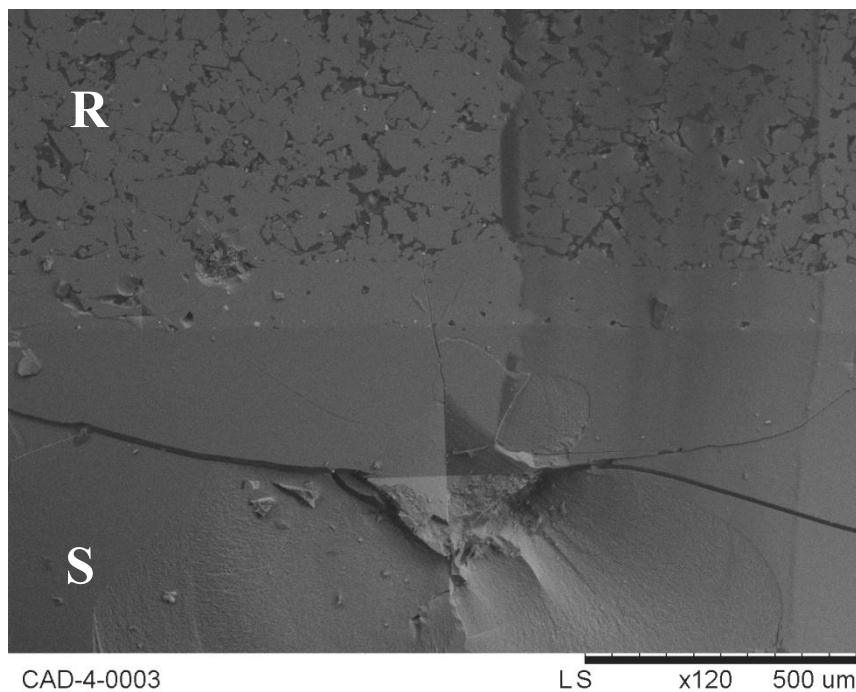


Figura 4.80. Imagen al microscopio electrónico (x120) de la indentación a 30Kg realizada en el sustrato de la muestra IPS e.max[®]CAD / IPS e.max[®]Ceram. Se observa que la grieta generada, tras la indentación, atraviesa la interfase y discurre por el recubrimiento.

En todas las pruebas de carga realizadas, la grieta que se generaba tras la indentación, sobrepasaba la interfase de manera ininterrumpida o se detenía en ella, pero nunca avanzaba a través de la interfase. Esto indica que la interfase-sustrato recubrimiento, de este grupo, es de buena calidad y ofrece resistencia al avance de las grietas.

4.3.3. IPS e.max[®] ZirCAD + ZirLiner / IPS e.max[®] Ceram vs. IPS e.max[®] ZirCAD / IPS e.max[®] Ceram.

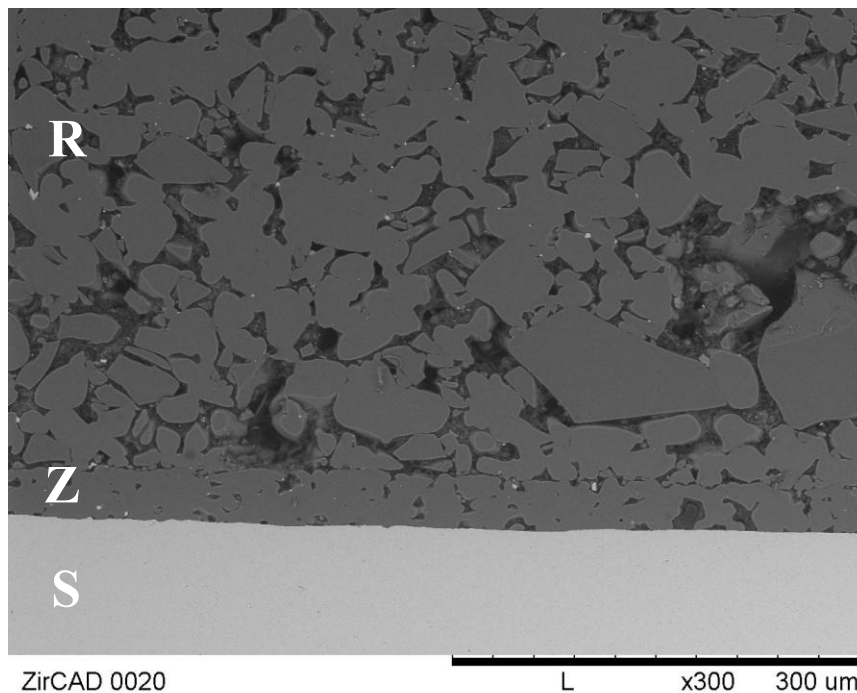


Figura 4.81. Imagen al microscopio electrónico (x300) de la interfase de la muestra IPS e.max[®]ZirCAD+ZirLiner / IPS e.max[®]Ceram. La parte inferior de la imagen se corresponde con el sustrato de la muestra (S), en la parte superior de la imagen se observa el recubrimiento de la muestra (R) y la zona intermedia se corresponde con el ZirLiner (Z).

A continuación se exponen las imágenes más características de las indentaciones que se realizaron en el grupo IPS e.max[®]ZirCAD+ZirLiner / IPS e.max[®]Ceram.

Como se ha comentado previamente, se realizaron indentaciones a 1Kg. de carga en las diferentes capas de la muestra y a 30 y 50Kg. de carga exclusivamente en el núcleo.

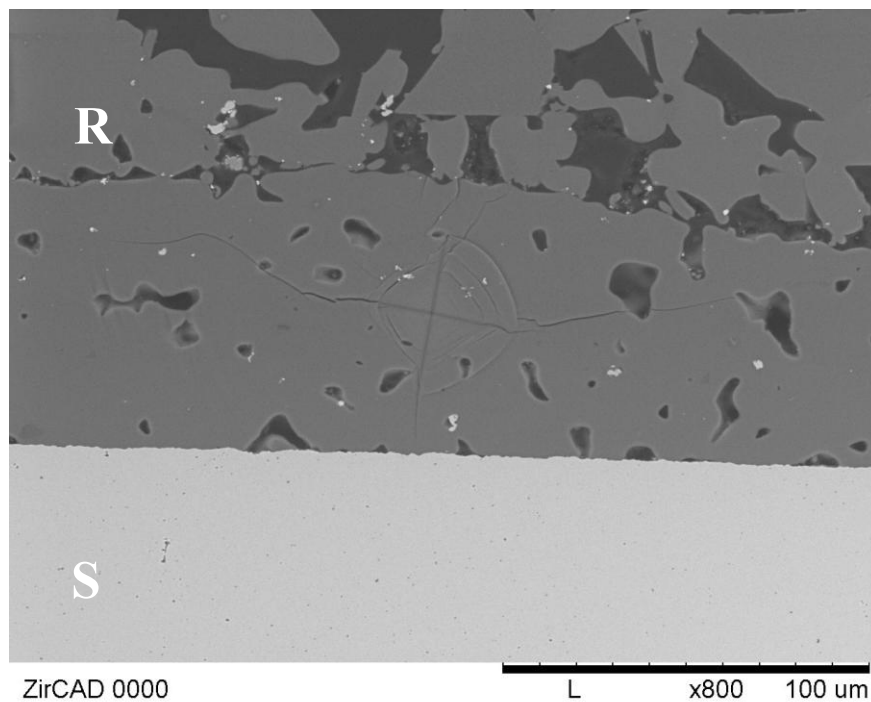


Figura 4.82. Imagen al microscopio electrónico (x800) de la indentación a 1Kg realizada en el recubrimiento de la muestra IPS e.max[®]ZirCAD+ZirLiner / IPS e.max[®]Ceram. Se observa que la grieta generada, tras la indentación, se frena al llegar a la interfase, pero no avanza a través de ella.

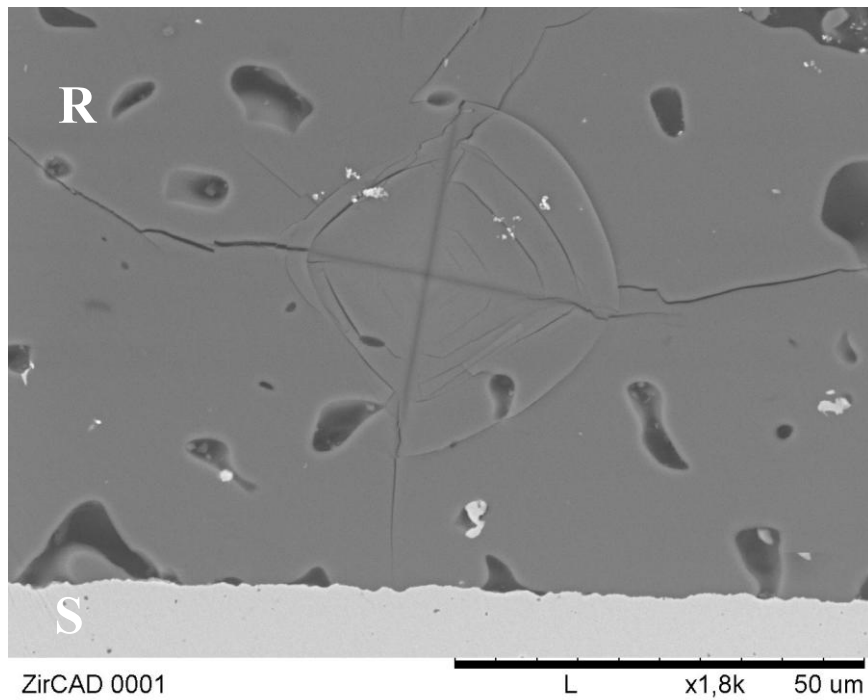


Figura 4.83. Imagen al microscopio electrónico (x1,8K) de la indentación a 1Kg realizada en el recubrimiento de la muestra IPS e.max[®] ZirCAD+ZirLiner / IPS e.max[®] Ceram. Se observa, en detalle, que la grieta generada, tras la indentación, se frena al llegar a la interfase, pero no avanza a través de ella.

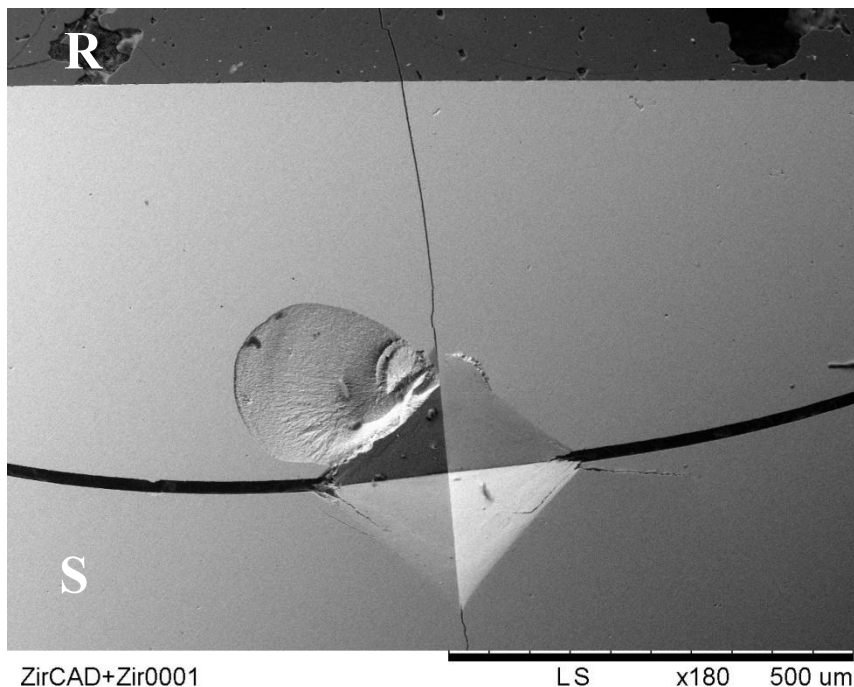


Figura 4.84. Imagen al microscopio electrónico (x180) de la indentación a 30Kg realizada en el sustrato de la muestra IPS e.max[®] ZirCAD+ZirLiner / IPS e.max[®] Ceram. Se observa que la grieta generada, tras la indentación, atraviesa la interfase y discurre a través del recubrimiento.

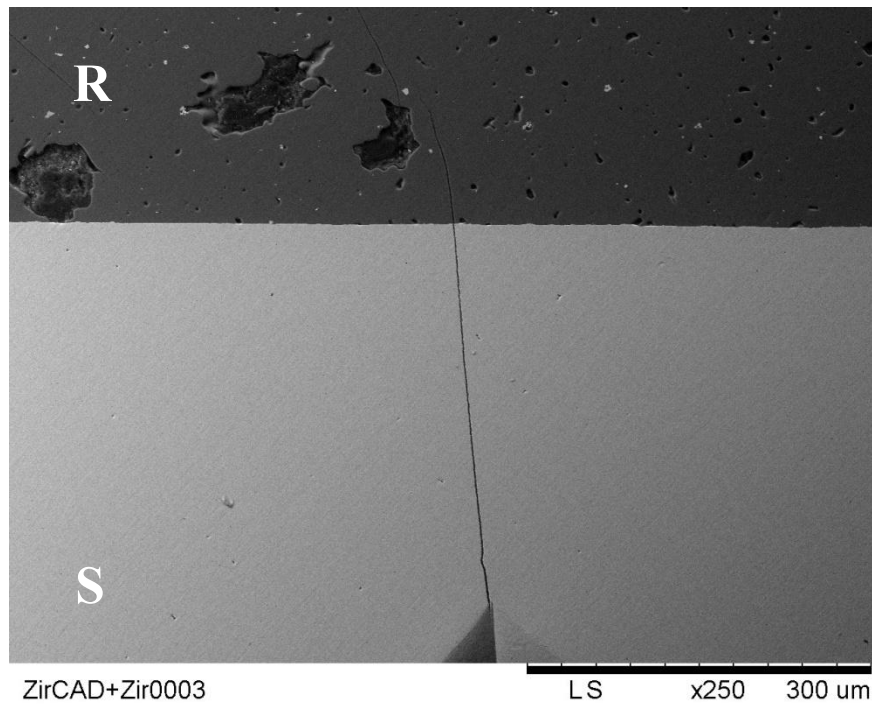


Figura 4.85. Imagen al microscopio electrónico (x250) de la indentación a 50Kg realizada en el sustrato de la muestra IPS e.max®ZirCAD+ZirLiner / IPS e.max®Ceram. Se observa que la grieta generada, tras la indentación, atraviesa la interfase y discurre a través del recubrimiento.

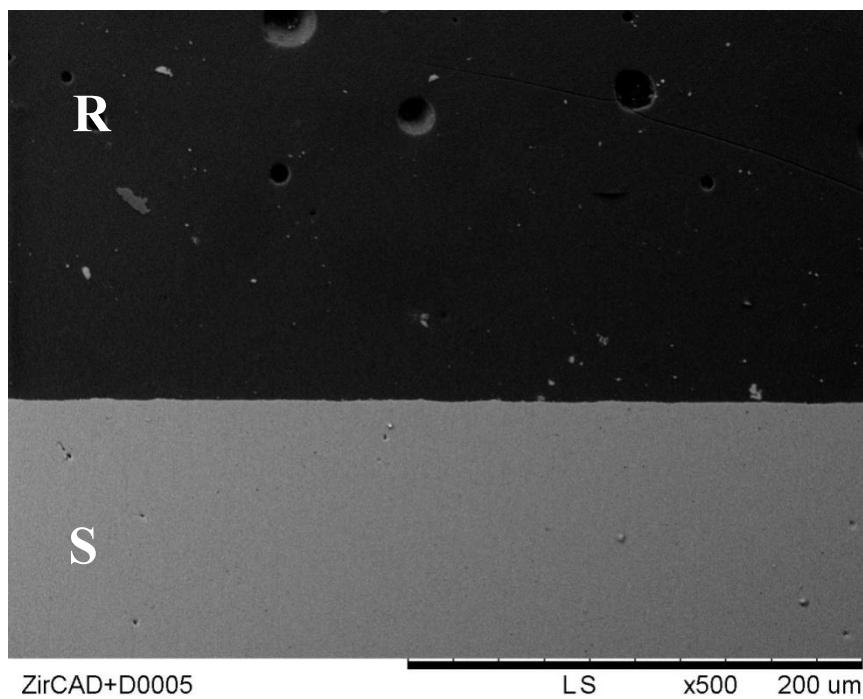


Figura 4.86. Imagen al microscopio electrónico (x500) de la interfase de la muestra IPS e.max®ZirCAD / IPS e.max®Ceram. La parte inferior de la imagen se corresponde con el sustrato de la muestra (S) y en la parte superior de la imagen se observa el recubrimiento de la muestra (R).

A continuación se exponen las imágenes más características de las indentaciones que se realizaron en el grupo IPS e.max[®]ZirCAD / IPS e.max[®]Ceram (sin ZirLiner).

Como se ha comentado previamente, se realizaron indentaciones a 1Kg. de carga en las diferentes capas de la muestra y a 30 y 50Kg. de carga exclusivamente en el núcleo.

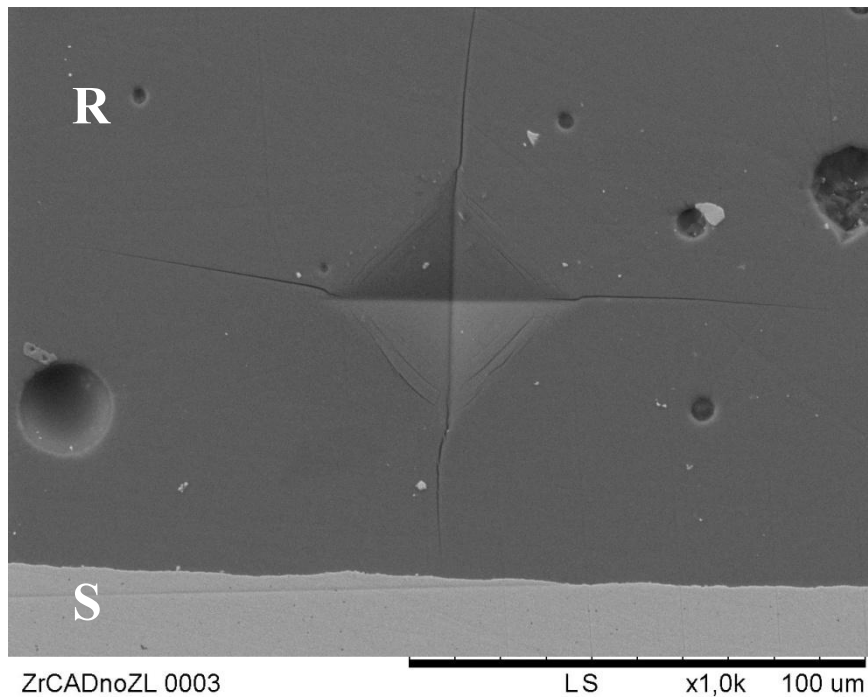


Figura 4.87. Imagen al microscopio electrónico (x800) de la indentación a 1Kg realizada en el recubrimiento de la muestra IPS e.max[®]ZirCAD / IPS e.max[®]Ceram. Se observa que la grieta generada, tras la indentación, se frena al llegar a la interfase, pero no avanza a través de ella.

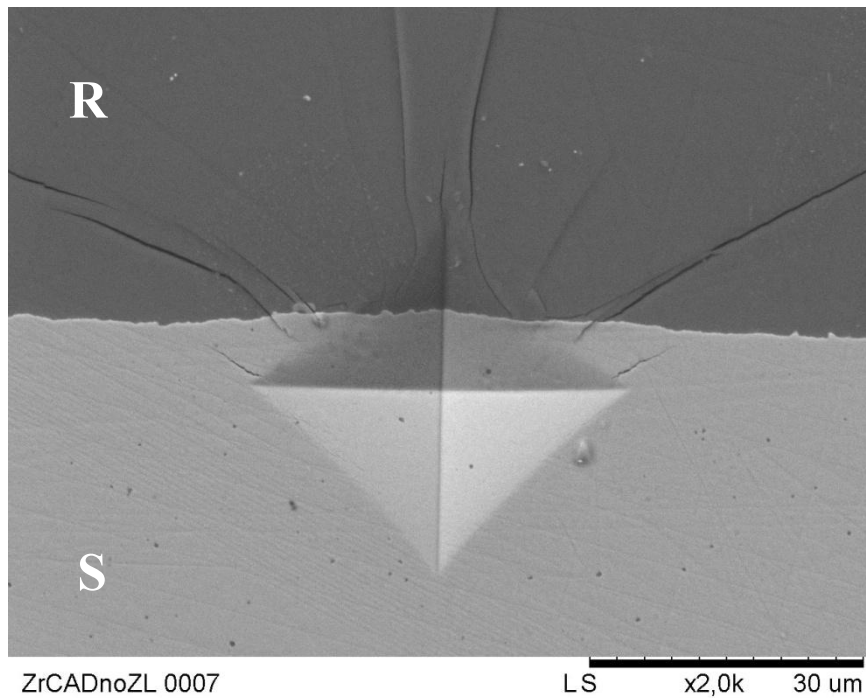


Figura 4.88. Imagen al microscopio electrónico (x2,0K) de la indentación a 1Kg realizada en la interfase de la muestra IPS e.max®ZirCAD/ IPS e.max®Ceram. Se observa que las grietas generadas, tras la indentación, atraviesan la interfase, avanzando hacia el recubrimiento.

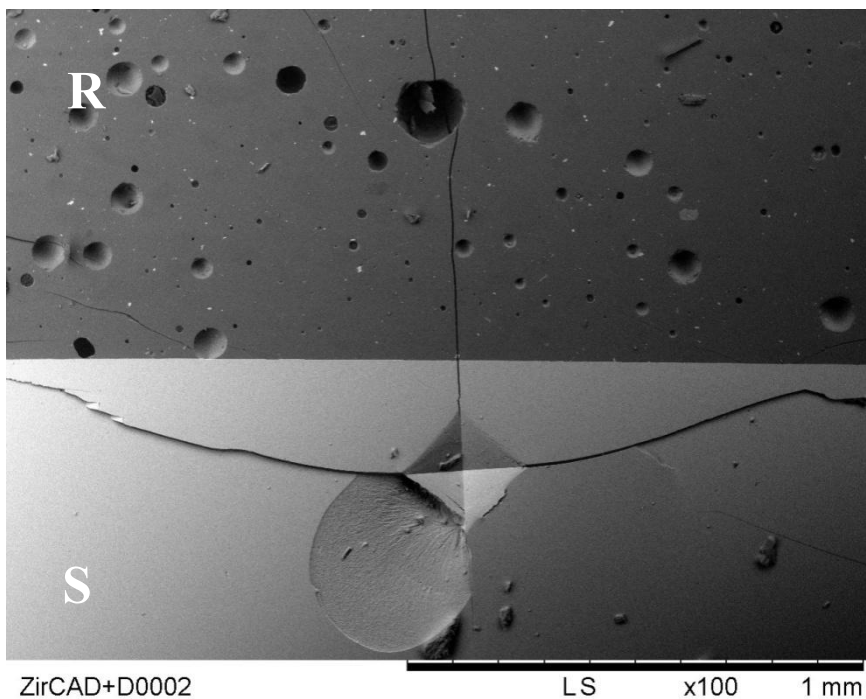


Figura 4.89. Imagen al microscopio electrónico (x100) de la indentación a 30Kg realizada en el sustrato de la muestra IPS e.max®ZirCAD / IPS e.max®Ceram. Se observa que la grieta generada, tras la indentación, atraviesa la interfase y avanza a través del recubrimiento.

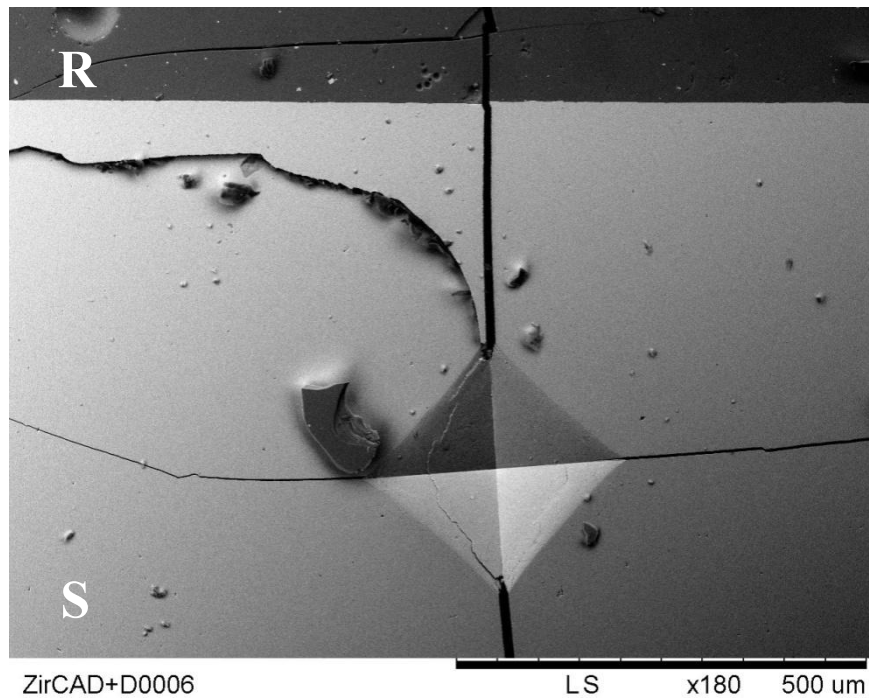


Figura 4.90. Imagen al microscopio electrónico (x100) de la indentación a 50Kg realizada en el sustrato de la muestra IPS e.max[®]ZirCAD / IPS e.max[®]Ceram. Se observa que la grieta generada, tras la indentación, atraviesa la interfase y avanza a través del recubrimiento.

En todas las pruebas de carga realizadas en este grupo, tanto con ZirLiner como sin ZirLiner, la grieta que se generaba tras la indentación, sobrepasaba la interfase de manera ininterrumpida o se detenía en ella, pero nunca avanzaba a través de la interfase. Esto indica que la interfase-sustrato recubrimiento, de este grupo, es de buena calidad y ofrece resistencia al avance de las grietas.

4.3.4. IPS e.max[®] ZirCAD / IPS e.max[®] ZirPress.

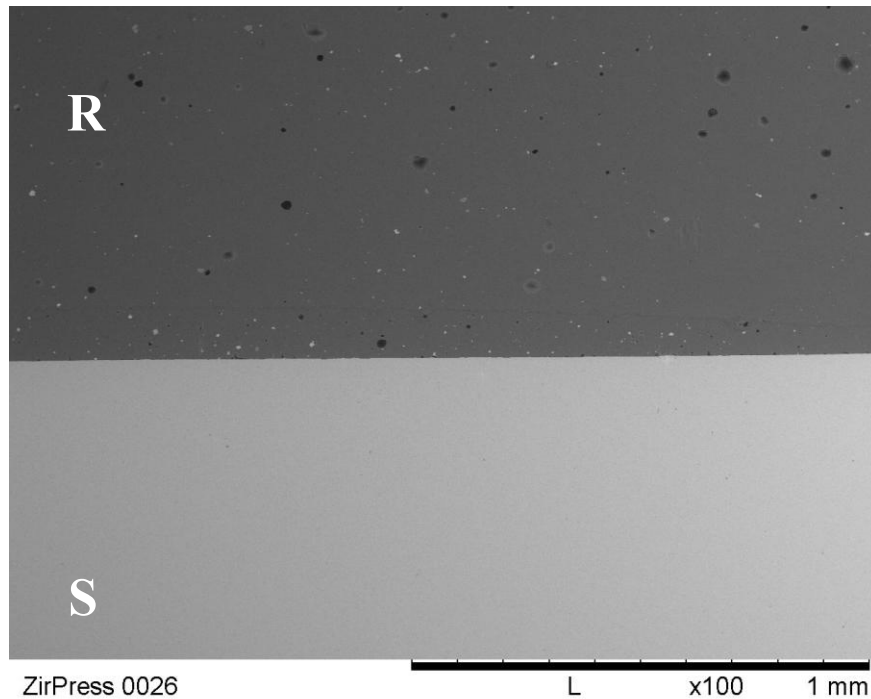


Figura 4.91. Imagen al microscopio electrónico (x500) de la interfase de la muestra IPS e.max[®]ZirCAD / IPS e.max[®]ZirPress. La parte inferior de la imagen se corresponde con el sustrato de la muestra (S) y en la parte superior de la imagen se observa el recubrimiento de la muestra (R).

A continuación se exponen las imágenes más características de las indentaciones que se realizaron en este grupo.

Como se ha comentado previamente, se realizaron indentaciones a 1Kg. de carga en las diferentes capas de la muestra y a 30 y 50Kg. de carga exclusivamente en el núcleo.

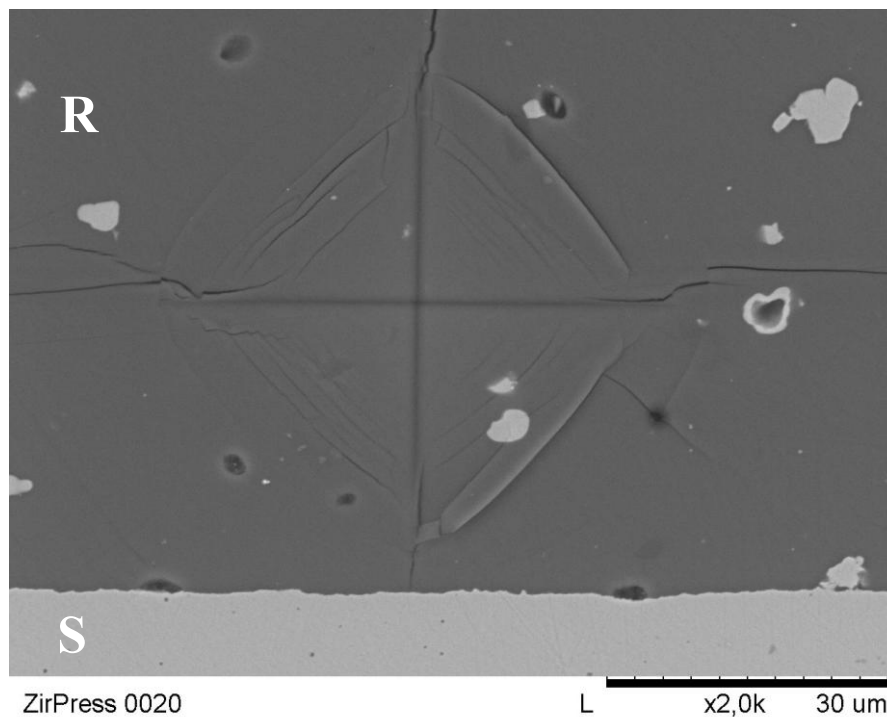


Figura 4.92. Imagen al microscopio electrónico (x2,0K) de la indentación a 1Kg realizada en el recubrimiento de la muestra IPS e.max[®]ZirCAD / IPS e.max[®]ZirPress. Se observa que la grieta generada, tras la indentación, se frena al llegar a la interfase, pero no avanza a través de ella.

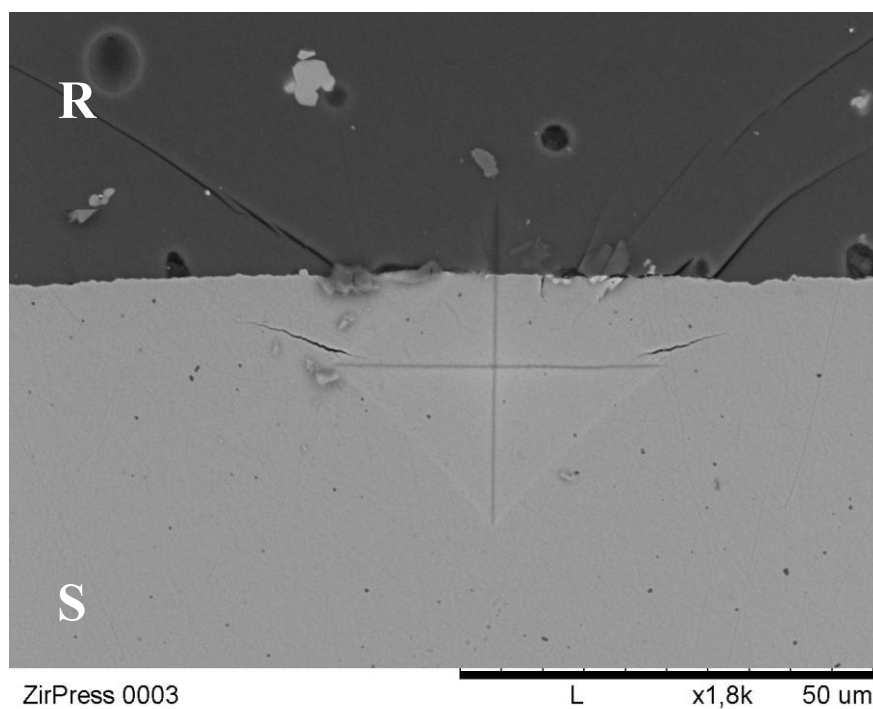


Figura 4.93. Imagen al microscopio electrónico (x1,8K) de la indentación a 1Kg realizada en la interfase de la muestra IPS e.max[®]ZirCAD / IPS e.max[®]ZirPress. Se observa que las grietas generadas, tras la indentación, atraviesan la interfase y avanzan a través del recubrimiento.

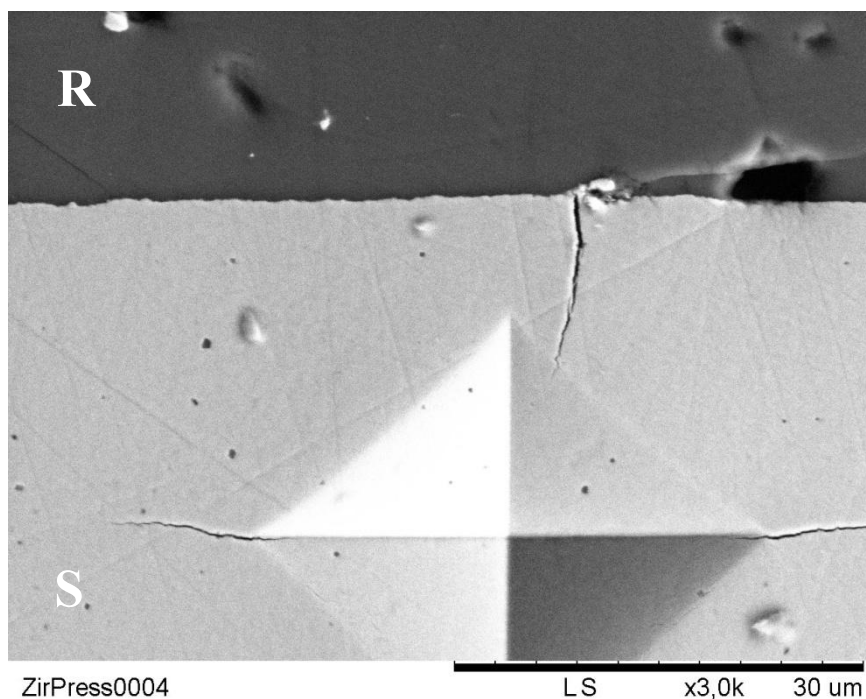


Figura 4.94. Imagen al microscopio electrónico (x3,0K) de la indentación a 50Kg realizada en el sustrato de la muestra IPS e.max®ZirCAD / IPS e.max®ZirPress. Se observa que la grieta generada, tras la indentación, atraviesa la interfase y avanza a través del recubrimiento.

En todas las pruebas de carga realizadas en este grupo, la grieta que se generaba tras la indentación, sobrepasaba la interfase de manera ininterrumpida o se detenía en ella, pero nunca avanzaba a través de la interfase. Esto indica que la interfase-sustrato recubrimiento, de este grupo, es de buena calidad y ofrece resistencia al avance de las grietas.

4.3.5. Lava[®] / Lava[®] Ceram.

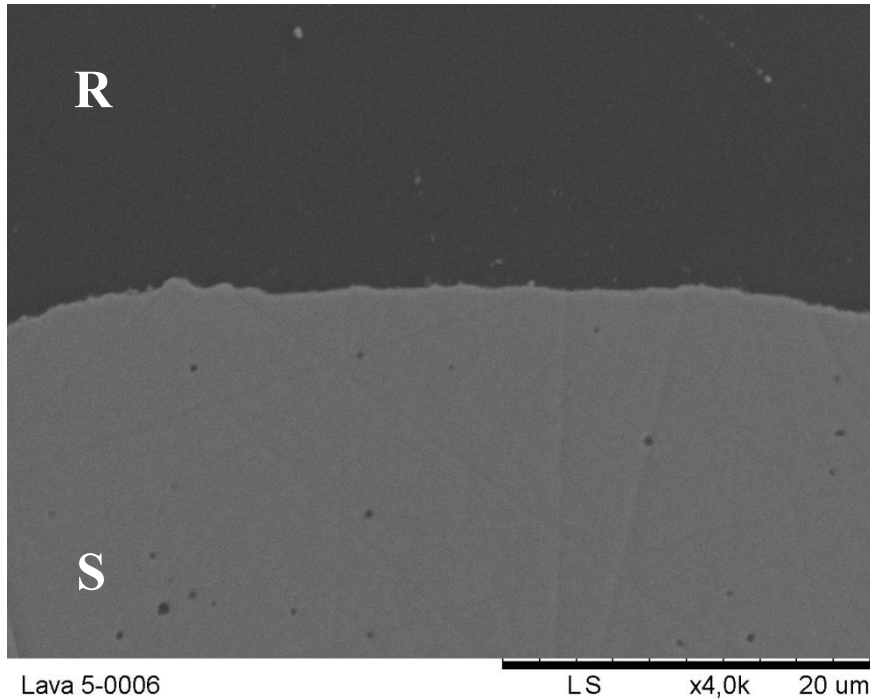


Figura 4.95. Imagen al microscopio electrónico (x4,0K) de la interfase de la muestra Lava[®] / Lava[®] Ceram. La parte inferior de la imagen se corresponde con el sustrato de la muestra (S) y en la parte superior de la imagen se observa el recubrimiento de la muestra (R).

A continuación se exponen las imágenes más características de las indentaciones que se realizaron en este grupo.

Como se ha comentado previamente, se realizaron indentaciones a 1Kg. de carga en las diferentes capas de la muestra y a 30 y 50Kg. de carga exclusivamente en el núcleo.

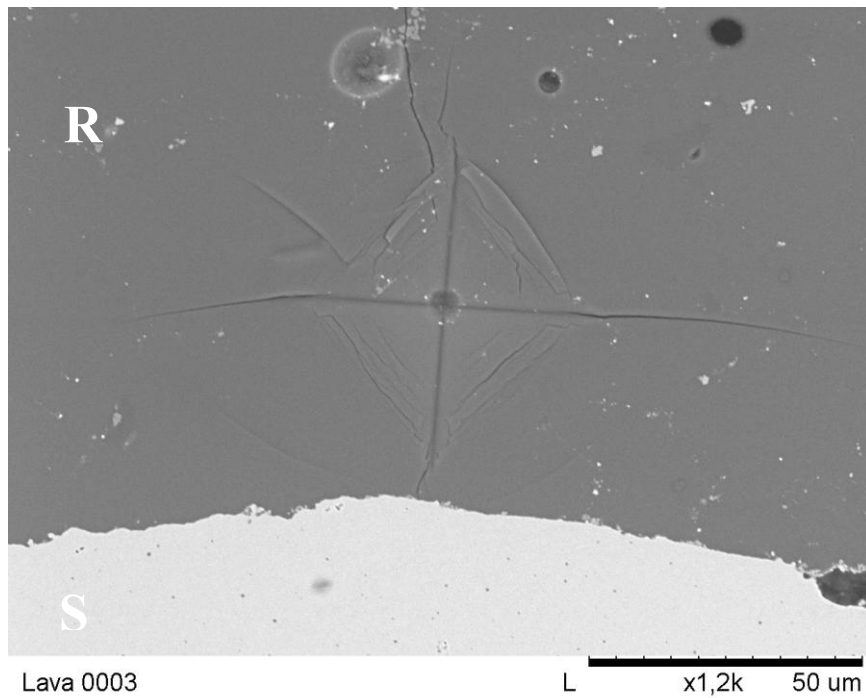


Figura 4.96. Imagen al microscopio electrónico (x1,2K) de la indentación a 1Kg realizada en el recubrimiento de la muestra Lava[®] / Lava[®]Ceram. Se observa que la grieta generada, tras la indentación, se frena al llegar a la interfase, pero no avanza a través de ella.

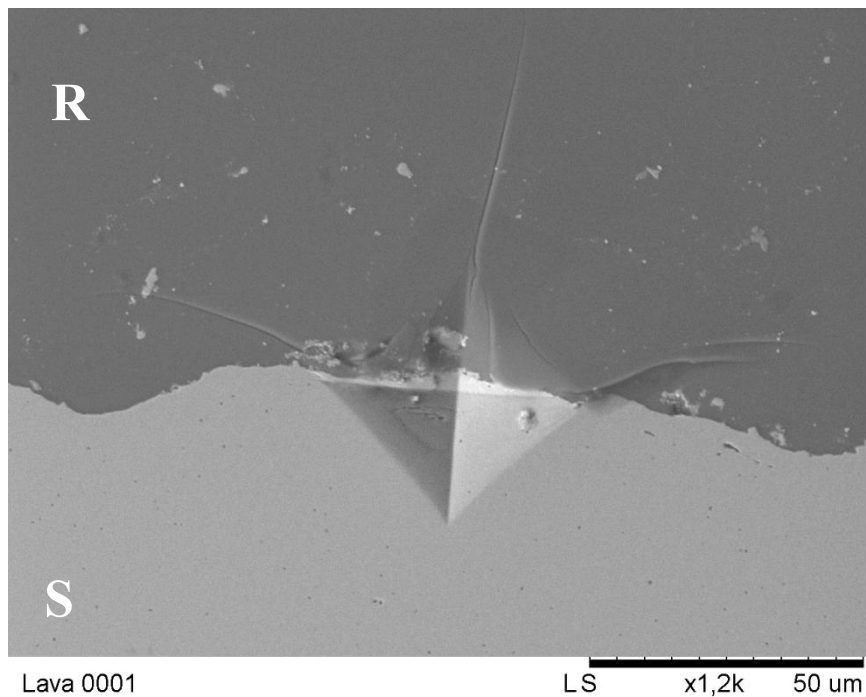


Figura 4.97. Imagen al microscopio electrónico (x1,2K) de la indentación a 1Kg realizada en la interfase de la muestra Lava[®] / Lava[®]Ceram. Se observa que las grietas generadas, tras la indentación, atraviesan la interfase y avanzan a través del recubrimiento.

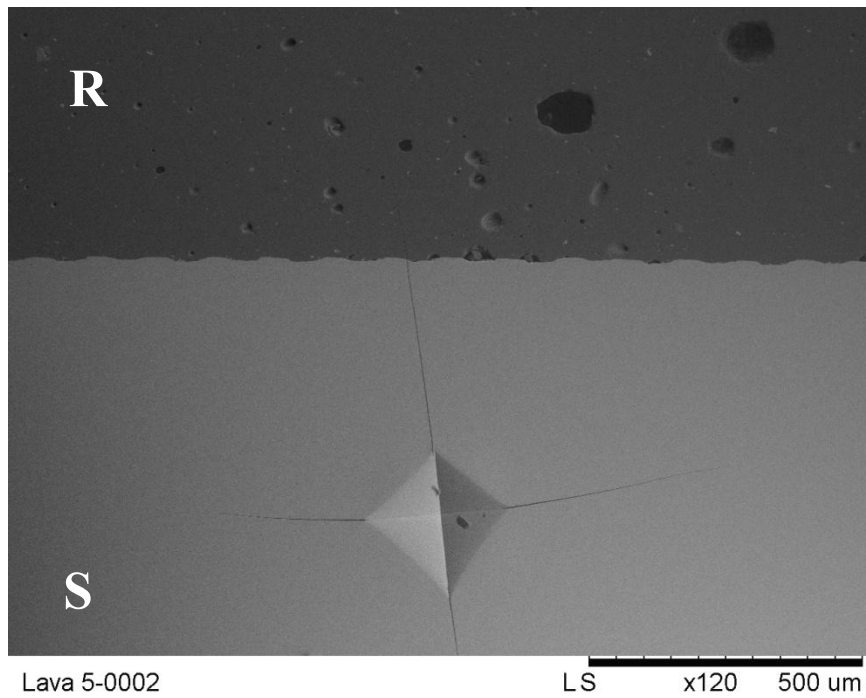


Figura 4.98. Imagen al microscopio electrónico (x3,0K) de la indentación a 30Kg realizada en el sustrato de la muestra Lava[®] / Lava[®]Ceram. Se observa que la grieta generada, tras la indentación, atraviesa la interfase y avanza a través del recubrimiento.

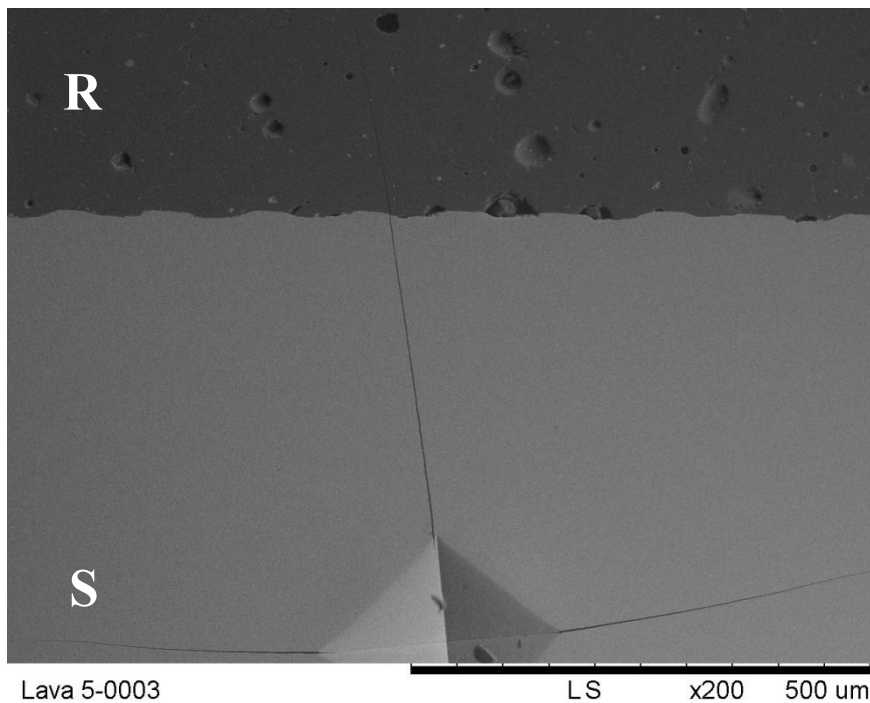


Figura 4.99. Imagen al microscopio electrónico (x200) de la indentación a 50Kg realizada en el sustrato de la muestra Lava[®] / Lava[®]Ceram. Se observa que la grieta generada, tras la indentación, atraviesa la interfase y avanza a través del recubrimiento.

En todas las pruebas de carga realizadas en este grupo, la grieta que se generaba tras la indentación, sobrepasaba la interfase de manera ininterrumpida o se detenía en ella, pero nunca avanzaba a través de la interfase. Esto indica que la interfase-sustrato recubrimiento, de este grupo, es de buena calidad y ofrece resistencia al avance de las grietas.

4.3.6. Cerapall[®] / IPS d.SIGN[®].

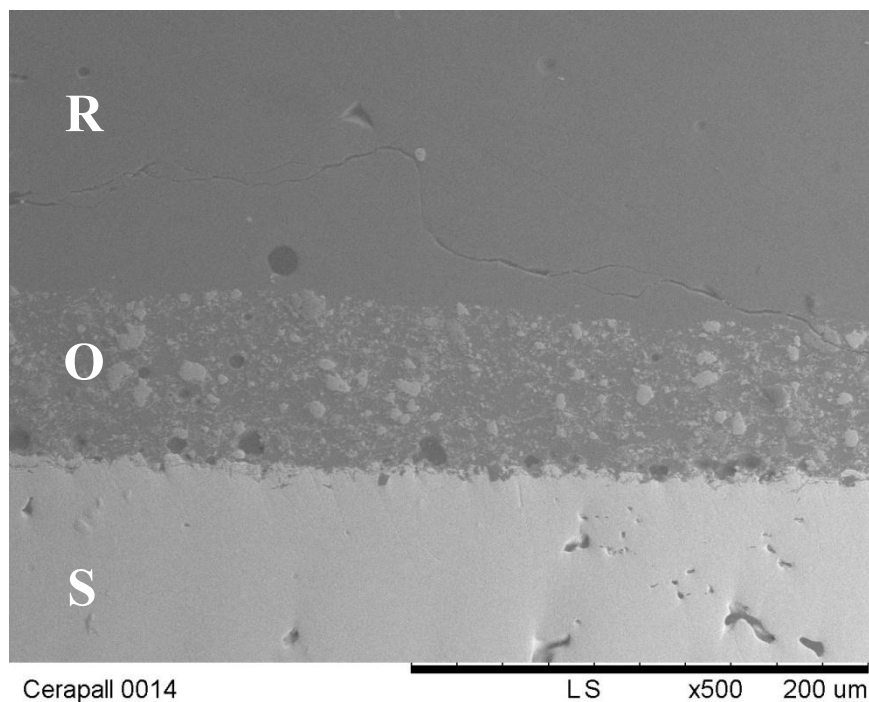


Figura 4.100. Imagen al microscopio electrónico (x500) de la interfase de la muestra Cerapall[®]/ IPS d.SIGN[®]. La parte inferior de la imagen se corresponde con el sustrato de la muestra (S), en la parte superior de la imagen se observa el recubrimiento de la muestra (R) y en la zona intermedia se observa la capa de Opáquer (O).

A continuación se exponen las imágenes más características de las indentaciones que se realizaron en este grupo.

Como se ha comentado previamente, se realizaron indentaciones a 1Kg. de carga en las diferentes capas de la muestra y a 30 y 50Kg. de carga exclusivamente en el núcleo, teniendo en cuenta que en el sustrato metálico no se generan grietas, por lo que la indentación siempre tiene que estar en contacto con la interfase.

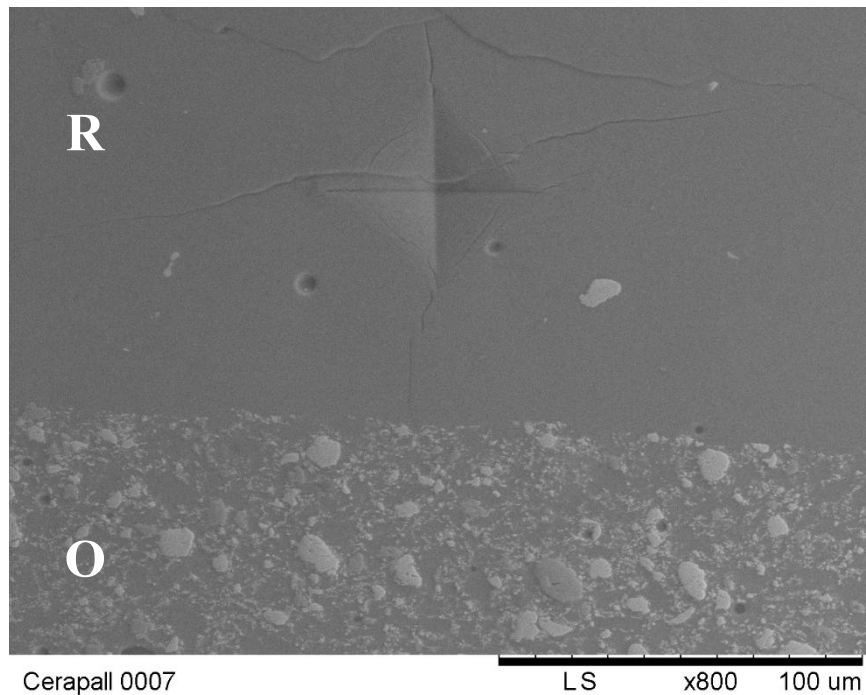


Figura 4.101. Imagen al microscopio electrónico (x800) de la indentación a 1Kg realizada en el recubrimiento de la muestra Cerapall®/ IPS d.SIGN®. Se observa que la grieta generada, tras la indentación, se frena al llegar a la interfase con el opáquer, pero no avanza a través de ella.

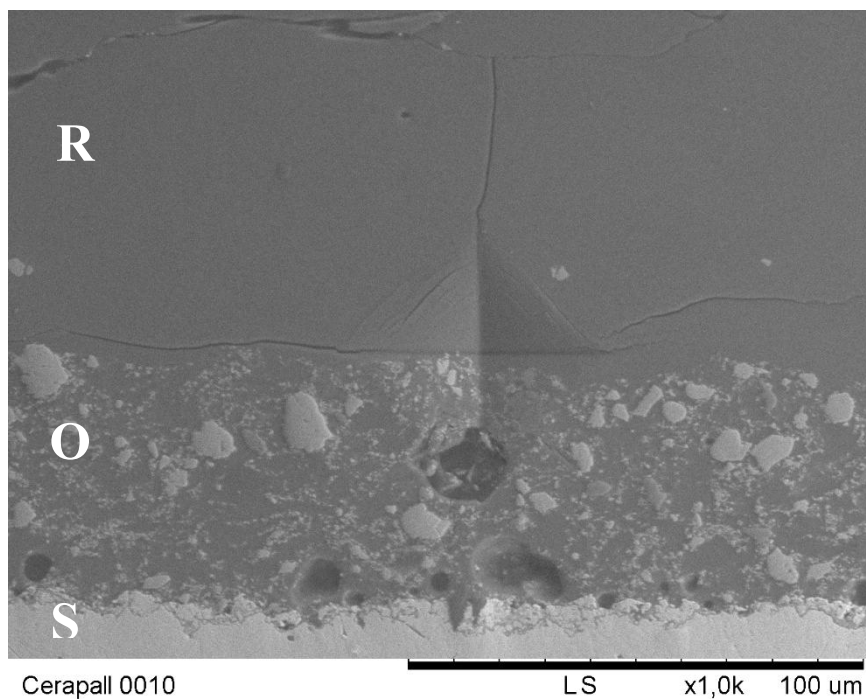


Figura 4.102. Imagen al microscopio electrónico (x1,0K) de la indentación a 1Kg realizada en el recubrimiento de la muestra Cerapall®/ IPS d.SIGN®. Se observa que la grieta generada, tras la indentación, se frena al llegar a la interfase, pero no avanza a través de ella.

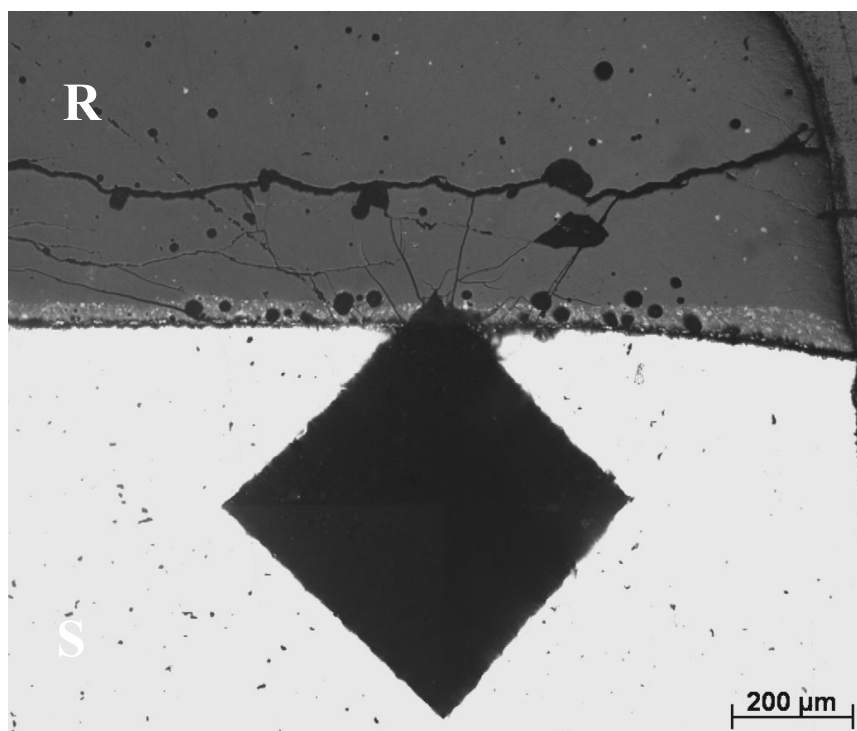


Figura 4.103. Imagen al microscopio electrónico (x200) de la indentación a 30Kg realizada en el sustrato de la muestra Cerapall[®]/ IPS d.SIGN[®]. Se observa que las grietas generadas, tras la indentación, sobrepasan la interfase y discurren a través del recubrimiento.

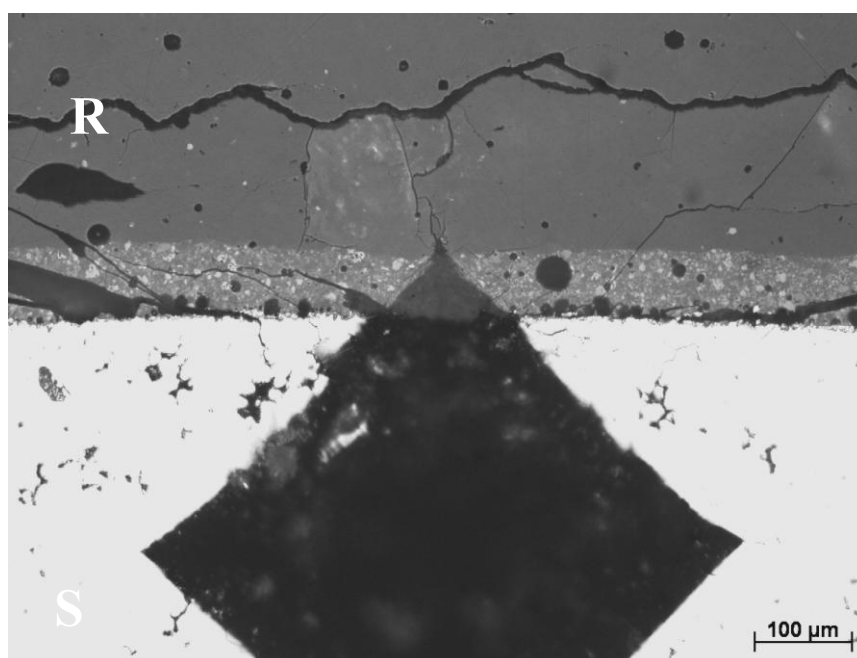


Figura 4.104. Imagen al microscopio electrónico (x100) de la indentación a 50Kg realizada en el sustrato de la muestra Cerapall[®]/ IPS d.SIGN[®]. Se observa que las grietas generadas, tras la indentación, sobrepasan la interfase y discurren a través del recubrimiento.

En todas las pruebas de carga realizadas en este grupo, la grieta que se generaba tras la indentación, sobrepasaba la interfase de manera ininterrumpida o se detenía en ella, pero nunca avanzaba a través de la interfase. Esto indica que la interfase-sustrato recubrimiento, de este grupo, es de buena calidad y ofrece resistencia al avance de las grietas.

4.3.7. Tilite[®] / IPS d.SIGN[®].

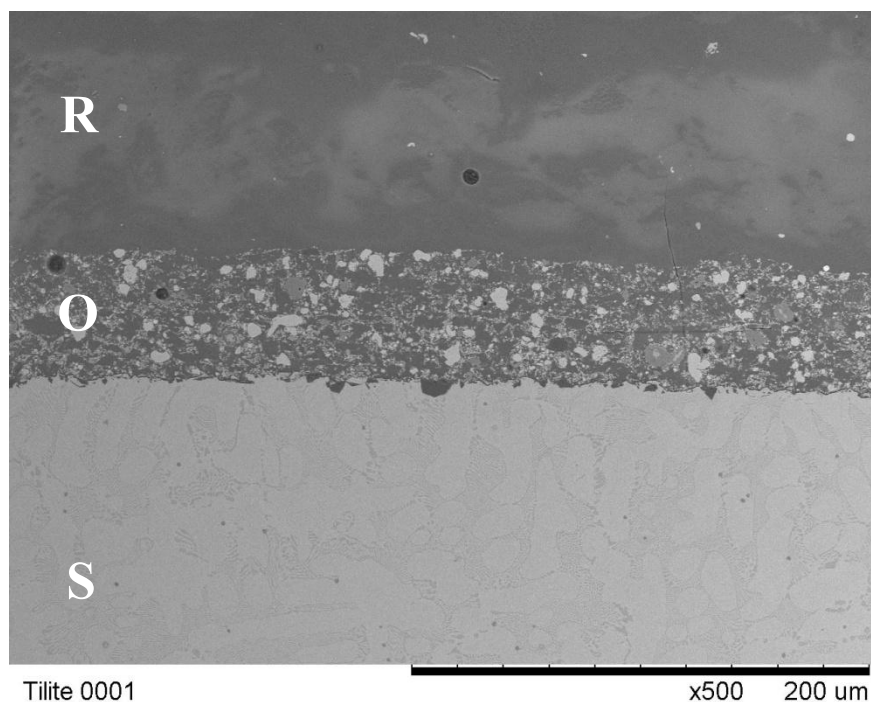


Figura 4.105. Imagen al microscopio electrónico (x500) de la interfase de la muestra Tilite[®]/ IPS d.SIGN[®]. La parte inferior de la imagen se corresponde con el sustrato de la muestra (S), en la parte superior de la imagen se observa el recubrimiento de la muestra (R) y en la zona intermedia se observa la capa de Opáquer (O).

A continuación se exponen las imágenes más características de las indentaciones que se realizaron en este grupo.

Como se ha comentado previamente, se realizaron indentaciones a 1Kg. de carga en las diferentes capas de la muestra y a 30 y 50Kg. de carga exclusivamente en el núcleo, teniendo en cuenta que en el sustrato metálico no se generan grietas, por lo que la indentación siempre tiene que estar en contacto con la interfase.

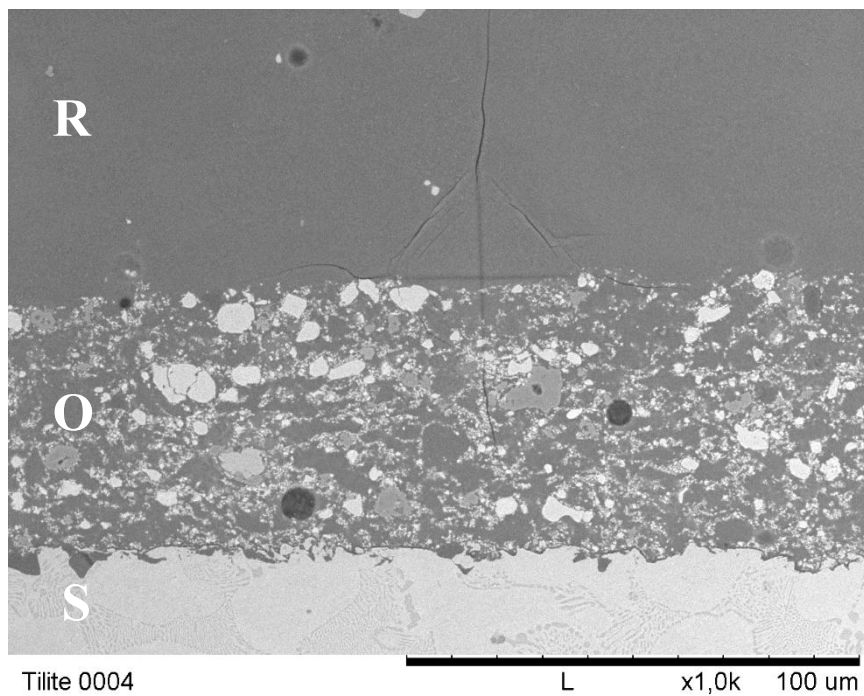


Figura 4.106. Imagen al microscopio electrónico (x1,0K) de la indentación a 1Kg realizada en el recubrimiento de la muestra Tilite®/ IPS d.SIGN®. Se observa que la grieta generada, tras la indentación, se frena al llegar a la interfase, pero no avanza a través de ella.

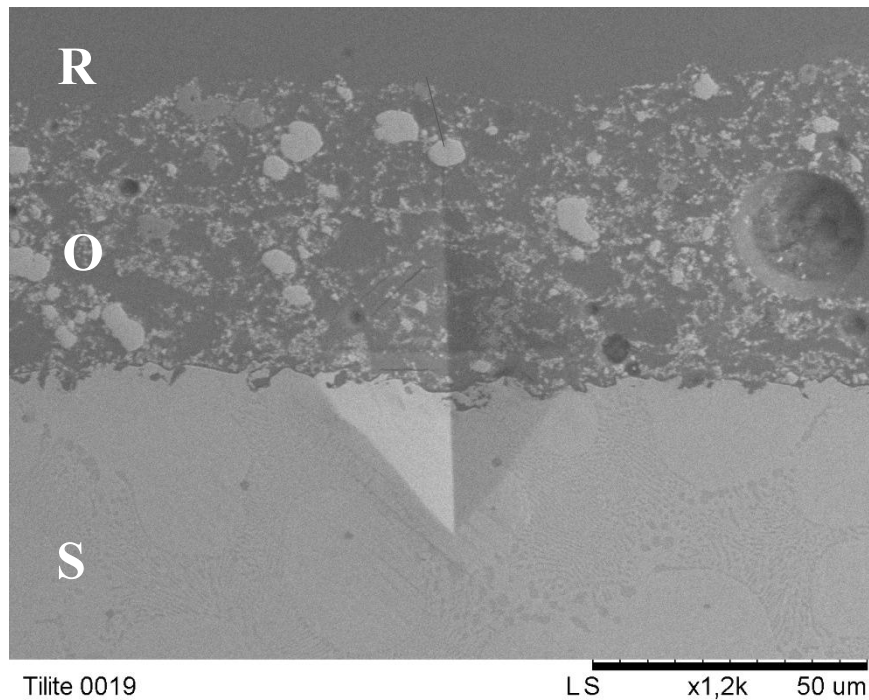


Figura 4.107. Imagen al microscopio electrónico (x1,2K) de la indentación a 1Kg realizada en la interfase de la muestra Tilite®/ IPS d.SIGN®. Se observa que la grieta generada, tras la indentación, avanza a través del opáquer y llega al recubrimiento.

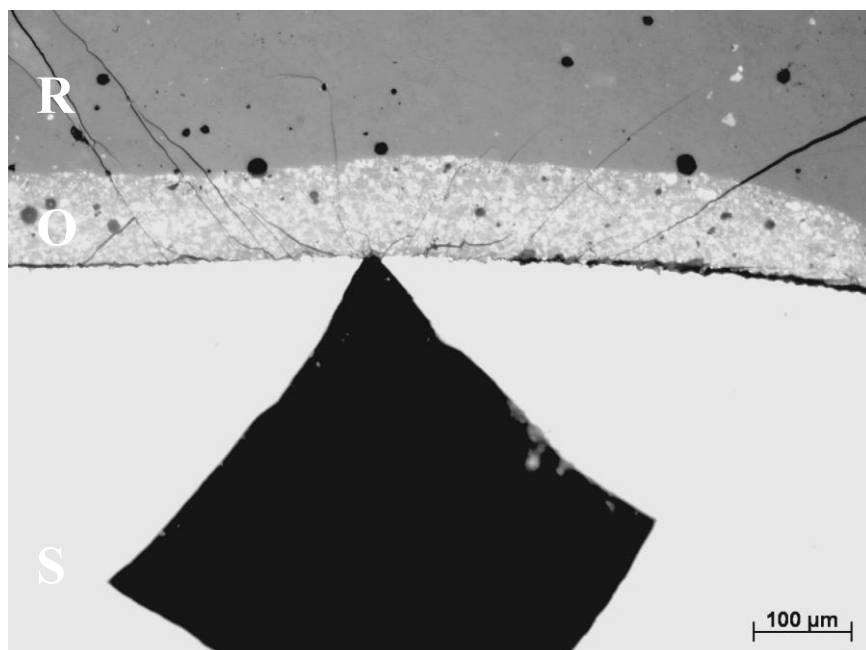


Figura 4.108. Imagen al microscopio electrónico (x100) de la indentación a 30Kg realizada en el sustrato de la muestra Tilite®/ IPS d.SIGN®. Se observa que las grietas generadas, tras la indentación, avanzan a través del opáquer y llegan al recubrimiento.

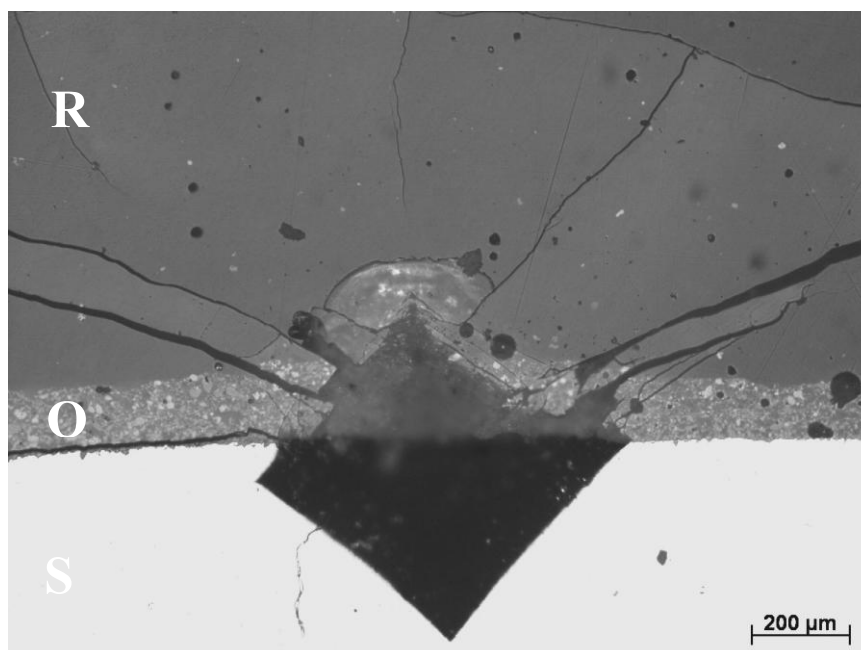


Figura 4.109. Imagen al microscopio electrónico (x200) de la indentación a 50Kg realizada en el sustrato de la muestra Tilite®/ IPS d.SIGN®. Se observa que las grietas generadas, tras la indentación, avanzan a través del opáquer y llegan al recubrimiento.

En todas las pruebas de carga realizadas en este grupo, la grieta que se generaba tras la indentación, sobrepasaba la interfase de manera ininterrumpida o se detenía en ella, pero nunca avanzaba a través de la interfase. Esto indica que la interfase-sustrato recubrimiento, de este grupo, es de buena calidad y ofrece resistencia al avance de las grietas.



V

Discusión



5. 1. Introducción

5.1.1 Restauraciones totalmente cerámicas en Prótesis Fija.

Tradicionalmente las cerámicas dentales han estado limitadas, en cuanto a sus aplicaciones, por su fragilidad y su baja resistencia mecánica a la tracción y/o flexión. Sin embargo, a partir de finales de los años sesenta, se han desarrollado nuevas cerámicas con propiedades muy mejoradas y su uso se ha extendido considerablemente.

La gran “inercia química” de las cerámicas, su alta resistencia a la compresión y su apariencia estética, hicieron que estos materiales se comenzaran a utilizar en Odontología. La cerámica dental de recubrimiento es de composición mayoritariamente feldespática y tiene su intervalo de fusión a temperaturas inferiores a los 1100°C. Posee un aspecto final similar al de los dientes naturales y empezó a fabricarse a principios del siglo XIX en Francia.

Hoy en día, las restauraciones céramo-cerámicas son un estándar dentro de los tratamientos protésicos. No obstante, para que las expectativas, a largo plazo, sobre este material se cumplan, es necesario demostrar que estas prótesis satisfacen unos requisitos mínimos de: **estética, biocompatibilidad, resistencia a la fractura y supervivencia clínica** (longevidad)¹⁷³.

En cuanto a las **propiedades estéticas**, actualmente, hablar de restauraciones estéticas en prótesis fija implica referirse a restauraciones sin metal. La mayoría de las situaciones clínicas se resuelven con las técnicas céramo-metálicas y no cabe duda de que con estos procedimientos se consiguen unos resultados más que aceptables, pero nunca alcanzan la naturalidad de las prótesis totalmente cerámicas. Esto se debe a que la estructura metálica impide el paso de los haces lumínicos, reduciendo la profundidad



del color. En cambio, las restauraciones cerámicas sin metal, al permitir la transmisión de la luz a través del cuerpo del diente, consiguen un mayor mimetismo¹⁸⁷⁻¹⁸⁹.

Respecto a la **biocompatibilidad**, se debe señalar que las cerámicas son más inertes que los metales. Las aleaciones, a excepción de las “pasivadas” con metales preciosos o con titanio, pueden verter iones nocivos al medio oral al sufrir corrosión. Por el contrario, la toxicidad no es un problema en los materiales cerámicos debido a su baja reactividad química^{187, 190, 191}.

En cuanto a la **resistencia a la fractura**, clásicamente, el empleo de las restauraciones cerámicas estaba limitado por la fragilidad y la baja tenacidad que presentaban las porcelanas. Por ello, desde la aparición de las primeras coronas jacket a principios del siglo XX, se ha producido un progreso constante, tanto en los materiales como en las tecnologías, para intentar mejorar el comportamiento clínico de estas prótesis. La evolución histórica de estos sistemas ha sido y es, como se ha comentado anteriormente, una dura batalla por encontrar el equilibrio entre los factores biológicos, mecánicos, estéticos y funcionales. Las excelentes propiedades físicas del óxido de circonio lo han convertido en el candidato perfecto para elaborar prótesis totalmente cerámicas en zonas de alto compromiso mecánico. Para confirmar este aspecto, se han realizado y se están realizando numerosos estudios, tanto in vitro como in vivo, evaluando su resistencia a la fractura^{187, 192-196}. En nuestra investigación se ha estudiado, a través de las pruebas de indentación, no sólo la resistencia a la fractura de los diferentes grupos de estudio en función de las cargas aplicadas, sino que también se ha analizado el comportamiento mecánico de estos materiales al ser sometidos a dichas cargas a través del análisis del recorrido de las grietas generadas.

A pesar de todo lo comentado previamente, hoy en día se cuestiona la **longevidad** de las restauraciones totalmente cerámicas, debido a las recientes publicaciones sobre el alto porcentaje de fracasos clínicos observados en estos materiales¹⁹⁷⁻²⁰³.



5.1.2 Fracazos de las restauraciones cerámicas.

Aunque la **longevidad** de las restauraciones céramo-metálicas está bien documentada, cada día más nos encontramos que, sin embargo, en las restauraciones totalmente cerámicas aparecen problemas a corto o medio plazo en relación con el mantenimiento de la integridad de dichas restauraciones. Así, diversas publicaciones han informado sobre el fracaso temprano de este tipo de tratamiento protésico por delaminación del recubrimiento, por fractura del mismo e incluso por fractura completa del núcleo y del recubrimiento^{197-201, 204, 205}.

Como se ha comentado, las restauraciones céramo-metálicas han sido muy estudiadas durante décadas. La utilización de hornos eléctricos de pequeño tamaño y atmósfera controlada, a mediados del siglo XX, dio un impulso importante a la fabricación de este tipo de prótesis. La **cocción al vacío** disminuye la porosidad del recubrimiento vítreo y la **cocción a presión** beneficia la formación de una capa de óxido que actúa de interfase entre el metal y el recubrimiento^{yy}. Sin duda alguna, desde el punto de vista del **análisis de la interfase**, esta **capa de óxido** es una de las características que diferencian el grupo control (céramo-metálico) del grupo experimental (totalmente cerámico) en este estudio.

Por otro lado, la adecuada **tensión superficial** del recubrimiento vítreo es decisiva para la obtención de este tipo de restauraciones, ya que facilita el mojado del recubrimiento al sustrato metálico y la adherencia de unas capas de vidriado sobre otras. Además, el control de los **coeficientes de expansión térmica** es muy importante en la obtención de una pieza metal-cerámica libre de tensiones^{206, 205}. Es deseable que el recubrimiento posea un coeficiente de expansión térmica inferior que la aleación metálica. De esta forma, el recubrimiento queda sometido a esfuerzos de compresión que aumentan la resistencia del conjunto de la pieza. Sobre este tema, cabe destacar que los ciclos de cocción con **enfriamientos rápidos**, proporcionan un recubrimiento vítreo

expansionado, con mayor tamaño que el que correspondería a un enfriamiento lento y, por lo tanto, con un mayor coeficiente de expansión térmica^{95, 197, 204, 208}.

El modo en que un recubrimiento rompe sobre la estructura subyacente, es decir, el **patrón de fractura** del mismo, está afectado directamente por la **resistencia de la interfase**²⁰⁹. Así, según Studart y cols.¹⁰⁰, cuando ésta es mayor que el estrés generado durante su proceso de fabricación, o bien, el aplicado de forma funcional o experimental, la estructura actúa como un material homogéneo de manera que la grieta se propaga a través de la interfase, desde el recubrimiento hacia el núcleo interno. Pero cuando la resistencia de la unión es baja, la propagación de la grieta sufre deflexión en la zona frágil de la interfase, propagándose a lo largo de ésta y, en consecuencia, provocando la delaminación del recubrimiento cerámico¹⁰⁰. En general, el modo de fractura de las cerámicas a base de circonio no ha sido bien documentado de forma que permita evaluar y comparar su comportamiento con el fin de establecer valoraciones críticas que permitan entender el problema. Se han publicado estudios, como el de Raigrodski y cols.¹⁰¹, que desvelan la propagación de grietas a lo largo de la interfase y su extensión por el recubrimiento de porcelana (provocando fracturas en “chipping”)¹⁰¹⁻¹⁰²; mientras que otros estudios, como el de Swain¹⁰³, coincidiendo con los resultados obtenidos en nuestro estudio, muestran cómo las grietas tienden a atravesar la interfase, siendo éste un hecho que se produce con elevada frecuencia en las estructuras totalmente cerámicas¹⁰³.

5.1.3 Interfase núcleo-recubrimiento céramo-metálico vs. céramo-cerámico.

Al igual que la preparación de la interfase, previo recubrimiento cerámico, las reacciones que promueven la **unión metal-cerámica** también han sido muy estudiadas. De esta forma, se sabe que la unión que tiene lugar entre un sustrato metálico y la porcelana de recubrimiento se caracteriza por ser una **unión mecánica** (por mojabilidad de la cerámica sobre una superficie metálica adecuadamente abrasionada y preparada, logrando un íntimo contacto), **compresiva-reológica** (por contracción de la porcelada



durante el enfriamiento) y *química* (gracias a la formación de óxidos sobre la superficie de la aleación creando uniones covalentes con la porcelana)⁹⁵.

En cuanto a la *unión mecánica* cabe decir que, previamente al esmaltado, la superficie metálica puede ser sometida a ataque químico ácido o básico, a corrosión electrolítica, a mecanizado de superficie o a abrasión mecánica con arena, con el fin de producir irregularidades en ella. En el caso del mecanizado de superficie, la abrasión debe producirse con una determinada inclinación y en múltiples direcciones. De esta forma, se aumenta la superficie efectiva de contacto entre el metal y el recubrimiento fundido (cuando, por acción del calor, el recubrimiento fundido alcance un grado de fluencia suficiente, penetrará a través de las irregularidades creadas en la superficie metálica, provocando una unión más fuerte)⁹⁵. Como indican Moore y cols.¹¹⁸, hay una correlación positiva entre la rugosidad de la interfase metálica y el grado de unión sustrato-recubrimiento¹¹⁸.

La *unión química* en la interfase metal-porcelana, está asociada con la tendencia a alcanzar un equilibrio estable¹²⁰. Dicha unión puede establecerse como consecuencia de fuerzas de Van der Waals, o bien mediante la formación de un enlace químico a través de diferentes mecanismos que pueden implicar procesos de interdifusión, oxidación o transformación de fase. En el caso del proceso de oxidación, el oxígeno liberado por la reducción de un catión del recubrimiento se combina con el metal para formar una capa de óxido, de tal forma que el equilibrio se consigue por la saturación (reacciones redox) de la zona interfacial con el óxido del sustrato metálico (la capa de óxido es compatible con el metal por su origen y con el recubrimiento, por su afinidad química)⁹⁵. En el proceso industrial, la capa de óxido necesaria para el establecimiento del equilibrio en la interfase, se genera mediante la preoxidación del material metálico y para que se desarrolle una buena capa de óxido, es necesario controlar el tiempo y la temperatura del tratamiento térmico del metal previo al esmaltado y/o la primera aplicación del recubrimiento, según Tomsia y Pask¹²¹. De esta forma, la intensidad de la reacción en la interfase depende del potencial de oxidación-reducción del metal y de los cationes del recubrimiento⁹⁵.



En cuanto a la **unión compresiva/reológica** cabe destacar la importancia del **enfriamiento lento**, tanto durante los primeros ciclos de cocción del recubrimiento sobre el metal (para conseguir el sellado metal-porcelana), como durante el incremento del espesor del recubrimiento mediante capas, ya que una buena unión entre dichas capas es fundamental para evitar delaminaciones en la cerámica^{204, 210-212}.

En cuanto a la **unión céramo-cerámica**, cabe destacar que una buena interfase es aquella en la que, además de fuerzas físicas, intervienen fuerzas químicas. La composición química del recubrimiento es decisiva en el desarrollo de la interfase. Debido a su estado físico, el recubrimiento es más activo que el soporte cerámico. No obstante, el sustrato también tiene gran importancia en la unión céramo-cerámica. Para que se desarrolle una buena interfase, deben producirse nuevas fases cristalinas, formadas por reacciones entre los componentes de ambos cuerpos y para que se produzcan estas reacciones entre los componentes del recubrimiento y del sustrato, es necesario que la temperatura se eleve lo suficiente (de ahí la importancia de los diferentes **ciclos de cocción** durante la formación y caracterización de las restauraciones protésicas^{95, 204, 213}). De esta forma, el aumento de temperatura durante los ciclos de cocción, ha sido uno de los principales factores estudiados en esta investigación, a través de la microscopía de calefacción.

Para comprender la importancia de dichos ciclos de cocción, hay que entender el **proceso de transmisión del calor** que se lleva a cabo durante los mismos. La **conductividad térmica** es la capacidad que tiene un material de transmitir calor a través de un grosor específico, en función de un gradiente de temperatura^{103, 184, 214}.

La tabla 5.1, muestra varios materiales utilizados de forma común en la fabricación de restauraciones dentales. Los primeros cuatro materiales metálicos son usados, en diferentes combinaciones, para crear subestructuras metálicas para restauraciones de porcelana. Como se puede observar, hay diferencias marcadas entre las propiedades del óxido de circonio y los demás materiales enumerados en dicha tabla. Estos datos se tienen en cuenta para establecer conclusiones generales relacionadas con



la fabricación de restauraciones totalmente cerámicas con base de óxido de circonio y céramo-metálicas, así como para el estudio de la transmisión del calor a través de los materiales^{103, 184, 215}.

Así, se debe tener en cuenta que, de forma generalizada y en comparación con el resto de los materiales que aparecen en dicha tabla, el *óxido de circonio* posee la *mayor rigidez*, el *punto de fusión más elevado* y la *menor conductividad térmica*. En consecuencia, el óxido de circonio requiere un tiempo significativamente mayor para transmitir el calor dentro del material hasta llegar a una temperatura uniforme en todo el material (es decir, como se ha comentado previamente, el óxido de circonio conduce el calor de forma más lenta que las aleaciones metálicas dentales de uso común)^{103, 184, 204}.

A pesar de lo comentado anteriormente, poco se sabe aún sobre la naturaleza de la unión que tiene lugar entre los núcleos de circonio y sus recubrimientos vítreos. Recientemente, se están publicando investigaciones centradas en diversos aspectos que tienen implicación en la **formación de la interfase**, así como el comportamiento mecánico de la misma^{97, 216}; observando que, pese a la elevada resistencia mecánica del circonio, su unión a la porcelana de recubrimiento es baja (estimándose valores que varían de 23 a 48 MPa⁹⁹).

Material	Módulo de Young (GPa)	Punto de Fusión (°C)	Conductividad técnica W/(mK)
Plata	83	962	429
Oro	78	1064	381
Aleación de oro	93	1100	200
Metal no noble	204	1240	40
Alúminia	360	2072	30
Óxido de circonio	200	2700	2

Tabla 5.1. Valores del módulo de Young, punto de fusión y de la conductividad térmica de algunos materiales utilizados en la confección de los sustratos de las restauraciones protésicas.

Por lo tanto, considerando la gran importancia que tiene la unión recubrimiento-núcleo en el comportamiento clínico de las restauraciones en Prótesis Fija, nos propusimos los *objetivos* de: **analizar la composición y microestructura** de los materiales cerámicos de última generación empleados en este estudio, **evaluar el grado de mojabilidad, reactividad y unión** que alcanzan las distintas porcelanas de recubrimiento estudiadas, sobre diferentes núcleos cerámicos y metálicos, mediante microscopía de calefacción; **determinar la estabilidad de la interfase recubrimiento-núcleo cerámico y recubrimiento-núcleo metálico**, mediante pruebas de indentación; estudiar la relación entre los resultados obtenidos con microscopía de calefacción y las pruebas de indentaciones, para **analizar la compatibilidad recubrimiento-núcleo cerámico y recubrimiento-núcleo metálico** e identificar las posibles **causas** que podrían conducir al **fallo adhesivo y/o cohesivo** de los recubrimientos vítreos en las restauraciones ceramocerámicas.



Basándonos en los resultados obtenidos, se descartan las hipótesis de trabajo iniciales, confirmando las hipótesis nulas de la no existencia de diferencias en el grado de mojabilidad, reactividad y unión, así como en el comportamiento mecánico y en la compatibilidad núcleo-recubrimiento, entre los diferentes grupos experimentales.

5. 2. Composición y microestructura

A través de la **Difracción de Rayos X (DRX)**, se ha analizado la **composición** de todos los materiales utilizados en este estudio. El principal objetivo de esta fase experimental, fue la confirmación de que la información suministrada por las casas comerciales coincidía, cien por cien, con la composición que nos mostraba la DRX; puesto que leves cambios, a priori insignificantes, en dicha composición, podrían alterar, de manera irreversible, el resultado de nuestras restauraciones protésicas, disminuyendo propiedades tan importantes como la resistencia a la fractura o alterando factores estéticos.

Los resultados obtenidos a través de la DRX confirmaron, en todos los grupos de trabajo, que la composición especificada por las casas comerciales coincidía con la obtenida a través de esta prueba, cumpliendo las normas ISO correspondientes (ISO 6486²¹⁷, ISO 6872²¹⁸, ISO 7405²¹⁹, ISO 10993²²⁰...).

En cuanto a la **microestructura** de los materiales estudiados, cabe destacar que en todas las muestras analizadas al microscopio óptico y electrónico durante la realización de las diferentes fases de la investigación, se ha observado una gran cantidad de *poros en los recubrimientos*; llegando al extremo de tener que elegir, de manera aún más precisa, por ejemplo, dónde se iba a realizar la indentación en cada muestra, teniendo en cuenta que había que esquivar siempre algún poro que alterase el recorrido de la grieta y/o que dificultase la visión de la misma en las fotos que se realizaban a continuación. Por lo tanto, la existencia de poros en este tipo de cerámicas y la disminución de la resistencia del material que suponen, también ha quedado reflejada en

este estudio y ha sido un punto clave y a tener en cuenta a la hora de realizar las diferentes pruebas experimentales.

Por otro lado, cabe mencionar un aspecto intrínseco al **comportamiento microestructural del circonio**, que adquiere gran relevancia cuando constituye el sustrato de la restauración y que también se ha tenido en cuenta a lo largo de esta investigación. Este material cerámico, constituido por óxido de circonio, presenta *tres formas cristalográficas* dependiendo de la temperatura: *cúbica* (por encima de 2370° hasta el punto de fusión), *tetragonal* (1170°-2370°) y *monoclínica* (desde temperatura ambiente hasta los 1170°). Asociando el circonio puro con óxidos estabilizantes, tales como ytrio o cerio, se consigue preservar una estructura *tetragonal metaestable* a temperatura ambiente, y con ello, su capacidad de generar una “*transformación T-M resistente*” secundaria a un estrés inducido (como la aparición de una fisura). Esta transformación de fase tetragonal a monoclínica del circonio, se acompaña de un incremento en el volumen (en torno al 4%) que consigue frenar el avance de la grieta a lo largo de la masa, hecho que le confiere a este material mayor dureza comparada con la alúmina y mayor resistencia a la propagación de fracturas¹⁰⁵ (ver Figs. 1.2 y 1.3).

Los núcleos de circonio de los diferentes sistemas disponibles en el mercado pueden confeccionarse mediante el mecanizado a partir de *bloques presinterizados* (la mayoría) seguido de una segunda sinterización a alta temperatura (1300°-1600°), o bien, mecanizados directamente sobre bloques duros de circonio *completamente sinterizado*. Paralelo a esto, es importante mencionar que las propiedades mecánicas de este material, como la capacidad de incrementar su *dureza superficial* (mecanismo de transformación resistente), mencionado anteriormente, dependen fuertemente de **factores microestructurales** (*tamaño del grano, orientación, presencia de poros, tipo y contenido en dopante, contenido en fase monoclínica, etc...*) y de **factores de procesamiento** (*temperatura de sinterización y manipulación*)¹⁰⁶. Por todo ello, durante esta investigación, se ha prestado suma importancia a los detalles microestructurales observados durante las diferentes fases del estudio, como la gran cantidad de poros que presentan los recubrimientos cerámicos, y se han cuidado al máximo los factores de procesamiento de los materiales en lo que a su manipulación respecta.

De esta forma, siempre se ha tenido presente que, debido a la *metaestabilidad de sus cristales*, procedimientos que induzcan la generación de estrés superficial, tales como el fresado, chorreado u otros, pueden ser capaces de inducir la transformación de fase tetragonal a monoclinica, junto con el aumento de volumen correspondiente, promoviendo la aparición de estrés compresivo superficial y, con ello, incrementando la carga flexural al mismo tiempo que se altera la integridad de fase del material. Este fenómeno, conocido como **degradación o envejecimiento acelerado (LTD – low temperature degradation)**, está muy documentado en la literatura, aunque no existe actualmente una relación clara, o lo suficientemente contrastada, entre éste y la predictibilidad del circonio como biomaterial dental^{107, 108} (este tema será tratado, con mayor profundidad, en el punto 6 de este apartado).

Lawson (1995)¹⁰⁷, en una magnífica revisión, describió el fenómeno de *envejecimiento* como la lenta transformación del material circonioso a fase monoclinica estable en una sucesión de etapas: transformación superficial, nucleación y crecimiento.

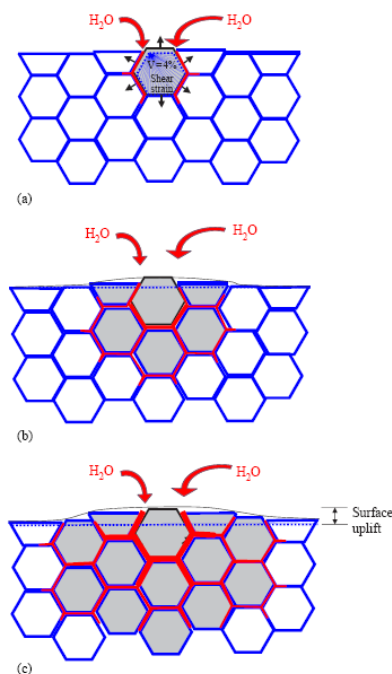


Figura 5.1. Imágenes estructurales que reflejan el fenómeno del envejecimiento del circonio, donde: (a) se corresponde con la fase de transformación superficial, (b) se corresponde con la fase de nucleación y (c) se corresponde con la fase de crecimiento.



En Medicina, en el año 2001 un gran número de cabezas femorales de circonia de la casa Prozyr[®] para implantes de cadera, tuvieron que ser explantadas por fractura. Este hecho, que supuso un estrepitoso fracaso y que concluyó con la prohibición en Francia de la comercialización de implantes a base de circonio, hizo que en 2006 Chevalier¹⁰⁸ pusiera de nuevo en evidencia este fenómeno de envejecimiento, así como los factores que incrementan la susceptibilidad del material a padecerlo. Ellos declaran la necesidad de normalizar y *estandarizar* todos aquellos aspectos relativos al *procesamiento y manipulación* del circonio a fin de conseguir bloques con la menor susceptibilidad a envejecer. Ya que, de acuerdo a sus investigaciones mediante envejecimiento artificial, no todos los tipos de circonio son de igual manera susceptibles. A partir de entonces, se han dedicado numerosas publicaciones a estudiar este fenómeno en cerámicas para implantes de cadera y estamos seguros de que próximamente existirán artículos sobre este proceso de envejecimiento del circonio en prótesis dentales.

Por lo tanto, queda claro que tanto la composición como la microestructura de los materiales cerámicos, son aspectos de gran importancia a la hora de iniciar un estudio sobre ellos y que cambios, aparentemente leves o insignificantes, en cualquiera de estos factores, pueden alterar gravemente el resultado final de nuestras restauraciones, disminuyendo sus propiedades mecánicas y fomentando el fracaso clínico. De esta forma, deben crearse normas internacionales más precisas y estrictas con respecto a estos factores y las casas comerciales deben crear nuevos protocolos de manipulación de los materiales cerámicos que mejoraren la microestructura final.

Como se ha comentado anteriormente, la Organización Internacional para la Estandarización debe ser más precisa y contundente en muchos aspectos relacionados con las cerámicas dentales, fundamentalmente en lo relativo al procesamiento y la manipulación del circonio, no como material único de las diferentes restauraciones protésicas existentes, sino como núcleo de un conjunto que también engloba a las cerámicas feldespáticas convencionales y al resto de cerámicas que se utilizan como recubrimiento. Es decir, se deben estudiar las propiedades de las cerámicas dentales



desde el conjunto final núcleo-recubrimiento, y no ambas capas de manera independiente.

La norma ISO 6872²¹⁸, describe de forma muy superficial los requisitos que deben tener los materiales cerámicos en cuanto a la uniformidad, ausencia de materias extrañas, propiedades físicas y químicas, biocompatibilidad...incidiendo en la importancia del seguimiento de las instrucciones del fabricante, pero sin profundizar en detalles de ninguno de estos aspectos²²¹. Por otro lado, se especifica la resistencia a la fractura de estos materiales pero no son estudiados ni se proponen test para el estudio en conjunto. Por ello, es insuficiente saber que la resistencia a la fractura mínima del recubrimiento debe ser de 50 MPa y del núcleo, de 100MPa, sino se analiza la resistencia a la fractura que debe tener el conjunto núcleo-recubrimiento y, a partir de ahí, se trabaja para que se cumplan esos datos y se mejoren las características mecánicas finales de estos materiales.

De igual forma, las normas ISO 15732²²², 18756²²³, 24370²²⁴ y la ASTM C1421-01b²²⁵, describen diferentes métodos de análisis de la resistencia a la fractura de los materiales cerámicos que resultan complejos a la hora de reproducir y que continúan sin centrar las bases del correcto manejo y manipulación de estos materiales, así como de las propiedades físicas y mecánicas que debe presentar la estructura núcleo-recubrimiento al finalizar el proceso de fabricación de los diferentes tipos de prótesis fijas existentes.

5. 3. Mojabilidad, reactividad y unión

Los diversos factores que influyen en el comportamiento de las cerámicas y en la unión sustrato-recubrimiento(temperatura, tensión superficial, composición de los sustratos, presión, ángulo de contacto...) como se comentó en el apartado de introducción, pueden ser estudiados, en mayor o menor profundidad, a través de la

microscopía de calefacción y del **análisis de los ciclos de cocción** (examinando las consecuencias que tienen sobre las cerámicas los cambios en la temperatura de trabajo).

El **microscopio de calefacción** permite determinar la *curva de viscosidad-temperatura* de vidrios a partir de seis puntos fijos de viscosidad, con un error inferior al 3%, permitiendo dibujar la curva completa (ISO 540 1995-03-15²²⁶), utilizando una pequeña cantidad de vidrio como muestra (~100mg)²²⁷.

Además, el reconocimiento de las formas fundamentales de reblandecimiento y fusión durante el proceso térmico, a través de la microscopía de calefacción, permite establecer el diagrama característico del comportamiento del vidrio al fundirlo sobre un sustrato a modo de recubrimiento. Entendido este comportamiento según la reducción del área de las figuras, la reducción en altura y la variación del ángulo de contacto o factor de deformación.

Stefanow y cols.²²⁸ referencian el método propuesto por Scholze, en el que se estudia la *tensión superficial* de los vidrios, observando los cambios de forma que experimenta una probetacilíndrica de vidrio, en función de la temperatura. Estos estudios son los antecesores de la microscopía de calefacción actual.

Sin embargo, es importante destacar que la técnica de microscopía de calefacción implica la colocación de los recubrimientos cerámicos sobre los sustratos en forma de cilindros prensados, como se explicó en el apartado de material y método. Esto conlleva una variación significativa con respecto a la *técnica de capaso a la inyección del recubrimiento a presión*, que se sigue en los laboratorios protésicos.

Por lo tanto, el hecho de que en alguno de nuestros ensayos, al reproducir los ciclos de cocción de las casas comerciales, el recubrimiento prácticamente se despegase del núcleo, puede ser debido a que el conjunto de cerámica de recubrimiento prensada no había alcanzado de manera uniforme los grados de cocción. Es decir, no se habría llegado a la fase de esfera, previa y necesaria para comenzar la unión sustrato-recubrimiento. Es importante destacar que, en el grupo control (metal-cerámica), absolutamente ninguna muestra sufrió este fenómeno de desprendimiento en ningún



ensayo; parece que esto es debido a que, como se ha comentado previamente, la unión céramo-metálica es muy diferente a la unión céramo-cerámica e implica procesos completamente distintos (oxidación del metal...).

De igual forma, cabe destacar que no se han encontrado artículos que estudien y analicen, concretamente en cerámicas dentales, el factor de mojabilidad (sí existen estudios que utilizan los ensayos de mojabilidad para analizar otro tipo de cerámicas como, por ejemplo, las cerámicas de pavimentos en el campo de la construcción)^{229, 230}.

Por lo tanto, teniendo en cuenta las limitaciones que supone esta técnica, aplicada a las cerámicas dentales, y siendo plenamente conscientes de ello, debemos analizar los resultados obtenidos de manera cauta, conociendo las ventajas que nos aporta tener una referencia clara sobre el grado de mojabilidad de las cerámicas dentales de recubrimiento y sabiendo las repercusiones clínicas que tiene la variación de los ciclos de cocción especificados por las casas comerciales, , en cuanto a los cambios en las propiedades mecánicas finales de estos materiales.

En todas las muestras de este estudio, al reproducir los ciclos de cocción indicados por las casas comerciales, alcanzando la temperatura máxima recomendada, se observaba un simple *reblandecimiento* de los recubrimientos cerámicos a nivel de los ángulos de contacto con los sustratos (ver Figs. 6.16 y 6.17), tanto en los grupos experimentales como en los grupos control.

Sin embargo, al aumentar la temperatura de los ciclos de cocción, como se especificó en el apartado de material y método, en todos los ensayos realizados, se llegaba a observar la *fase de esfera*, previa al punto de fusión, lo cual indica una “razonable” tensión superficial de los recubrimientos sin llegar a la fluencia total y un “adecuado” grado de humectancia y mojabilidad del recubrimiento sobre el sustrato (aunque estaba lejos de ser el ideal).

Magrini y cols.²³¹ indican que, en los vidrios con alta tensión superficial, puede no presentarse la forma esférica del botón de fusión que indica el comienzo de la

mojabilidad del recubrimiento sobre el sustrato. Esto, por supuesto, implicaría una menor adherencia entre ambas capas. Este fenómeno se observó en el grupo IPS e.max[®] ZirCAD / IPS e.max[®] Ceram, cuando no se aplicó la capa intermedia de ZirLiner y se aumentó la temperatura de cocción hasta el punto de fusión; lo cual nos indicó una *menor reactividad* del recubrimiento sobre el sustrato cuando no se utiliza el ZirLiner, aunque no existiesen diferencias significativas en el punto de fusión ni en la unión final sustrato-recubrimiento.

En cuanto a los datos obtenidos en nuestra investigación sobre el aumento de la temperatura en los ciclos de cocción, cabe destacar varias observaciones. Como se ha comentado, cuando se reproducían los ciclos de cocción especificados por las casas comerciales, se observaba que el recubrimiento no mojaba completamente al núcleo, sufriendo un simple reblandecimiento. Sin embargo, al aumentar la temperatura de los ciclos de cocción hasta el punto de fusión del recubrimiento, llegando así al mayor grado de mojabilidad posible, se observaban cambios importantes en las *propiedades estéticas* de la cerámica de recubrimiento que serían inaceptables, a nivel clínico, en este tipo de restauraciones protésicas (opacidad de la misma, pérdida del brillo y aparición de un color blanco mate). De igual forma, al analizar al microscopio óptico y electrónico la interfase, ésta no era excesivamente mejor que la que presentaban las muestras que habían sido cocidas respetando los ciclos de cocción de las casas comerciales, a pesar de haber aumentado la temperatura de los ciclos de cocción hasta el punto de fusión.

Por lo tanto, aunque la técnica de microscopía de calefacción no reproduzca el procedimiento de laboratorio que se lleva a cabo a la hora de colocar los recubrimientos sobre los sustratos cerámicos, sí nos aporta datos importantes sobre el comportamiento de dichos recubrimientos al ser tratados térmicamente sobre los sustratos respectivos, pudiendo examinar y analizar cómo se va produciendo el fenómeno de mojabilidad y humectancia en función del aumento de la temperatura y cómo el material de recubrimiento va cambiando hasta alcanzar el punto de fusión y el máximo grado de unión y reactividad con el sustrato.



5. 4. Estabilidad de la interfase núcleo-recubrimiento

Uno de los principales inconvenientes de los materiales cerámicos es su fragilidad. Aumentar la dureza, elasticidad y tenacidad del material vítreo es, como ya se ha especificado previamente, un objetivo importante. En este sentido, los *ensayos de indentación* facilitan el conocimiento de dichas propiedades mecánicas²³², pero no sólo se pueden utilizar para ello.

Existen una serie de *variables de la indentación* que confieren diferentes utilidades u objetivos de estudio a este tipo de pruebas; estas variables son: la forma de la indentación, el tamaño de la huella del indentador, la zona afectada por la indentación, el tamaño de la grieta originada y el recorrido o progresión de dicha grieta. Estas variables se utilizan, directamente, para el estudio del tipo del material, de la estructura cristalina o amorfa del mismo, del tipo de empaquetamiento de sus partículas, del tipo de estructura más o menos densa y, en el caso de tratarse de un material bicapa, del grado de unión entre las diferentes capas que componen la estructura de ese material^{95, 139}.

Por todo ello, el estudio de la respuesta a la indentación de un determinado material, contribuye a un conocimiento más exhaustivo del mismo. Para esto es necesario combinar el uso de varios tipos de equipos, unos que permitan la aplicación de cargas muy bajas, conocidas como cargas de *nanoindentación* y otros que permitan la aplicación de cargas altas o de *macroindentación*; además de esto, es necesario el uso de distintos tipos de geometría de indentadores, dependiendo de las propiedades que se quieran medir (como se explicó en el apartado de introducción)^{233, 234}.

Como consecuencia de todo lo expuesto anteriormente, existen múltiples ensayos sobre indentaciones, con objetivos de estudio y técnicas muy diferentes, que impiden comparar los resultados obtenidos por los diferentes autores y que confieren un carácter impreciso a este tipo de pruebas, en las que existen diversas técnicas no

estandarizadas con múltiples interpretaciones de los resultados de las mismas^{95, 134, 135, 138, 139, 140, 146}.

En nuestra investigación, se han realizado indentaciones tipo Vickers y se ha indentado en las tres capas estudiadas de las muestras (núcleo, interfase y recubrimiento). Así mismo, se han aplicado cargas que van desde 1 kg. en la interfase, en los recubrimientos y en los núcleos de disilicato de litio y cargas desde los 30Kg. hasta los 50Kg. en los núcleos de circonio.

Las indentaciones se han realizado en las diferentes capas de las muestras porque el objetivo final de este estudio es evaluar el tipo de interfase que presentan las restauraciones ceramocerámicas y esto se debía estudiar analizando el origen y avance de las grietas en las diferentes capas de las restauraciones; a pesar de que las cargas oclusales, a nivel bucal, incidan directamente sobre el recubrimiento de las restauraciones protésicas. No se debe olvidar que se trata de un estudio in vitro, en el que no sólo se intenta reproducir el patrón de fractura que ocurre a nivel clínico, sino que se están estudiando las restauraciones totalmente cerámicas en su conjunto, analizando y en detalle cada una de las capas que integran dichas restauraciones y examinando las posibles causas y el origen del fracaso clínico de las mismas.

En todos los ensayos realizados, tanto si se indentaba en el núcleo de las muestras como en el recubrimiento o en la propia interfase, la grieta generada por las indentaciones *siempre* atravesaba la interfase y *nunca* se propagaba a través de ella (ver Fig. 6.89). Por lo tanto, como se ha aclarado en el apartado de resultados, según esta prueba, la interfase ceramocerámica (al igual que la ceramometálica del grupo control) posee una buena unión que, si bien, puede no ser altamente resistente, sí soporta de manera clara las cargas utilizadas y mantiene su integridad una vez aplicadas las mismas.

Cabe destacar que los ciclos de cocción de las muestras que fueron indentadas siguieron al detalle las indicaciones de las casas comerciales, respetando la temperatura máxima de cocción, el aumento progresivo de la temperatura hasta llegar a los grados



indicados y el enfriamiento lento hasta la temperatura ambiente. Por lo tanto, según los resultados de este estudio, respetando los ciclos de cocción (lo cual implica no alterar factores físicos inherentes a los materiales, tales como el equilibrio entre los coeficientes de expansión térmica), la unión núcleo-recubrimiento puede soportar perfectamente fuerzas de hasta 50 Kg.

Por otro lado, en nuestro estudio, se ha incorporado un recubrimiento inyectado a presión (IPS e.max® ZirPress) sobre un sustrato de circonio (IPS e.max® ZirCAD) y no se han observado diferencias en la interfase, con respecto a la aplicación de cargas y la generación de grietas y su recorrido, entre este grupo y el resto (cuyos recubrimientos fueron realizados mediante la técnica de capas). Por lo tanto, como se comentó en el apartado de introducción, es posible que exista una transformación de fase en la capa más superficial del circonio tras la aplicación del recubrimiento, pero dicha transformación de fase, según los resultados de nuestro estudio, no disminuye considerablemente la resistencia de la interfase (puesto que ésta sigue teniendo un comportamiento “aceptable” ante la aplicación de cargas), ni existen diferencias, en dicha resistencia de la interfase, entre los grupos cuyos recubrimientos se han realizado mediante la técnica de capas y el grupo con recubrimiento mediante inyección a presión.

Cabe destacar que los resultados obtenidos en el grupo control, coinciden con los del grupo experimental en cuanto al avance de las grietas y a la adecuada unión sustrato-recubrimiento; sin embargo, es importante mencionar que existen diferencias en cuanto a la naturaleza de los metales y la aplicación de las cargas en ellos, puesto que son materiales maleables en los que no se observa la huella que deja la indentación de la misma manera que ocurre en el circonio o en el disilicato de litio; por lo tanto, las indentaciones en estos grupos ceramometálicos, como se especificó en los apartados de material y método y en los resultados, se realizaron en la interfase y en el recubrimiento, con el objetivo final de ver y examinar las grietas generadas tras la indentación. Ésta es la única diferencia que se ha podido apreciar entre los grupos de experimentación y los grupos control, en el terreno de las indentaciones, puesto que ni siquiera la presencia de la capa de opáquer ha supuesto ninguna variación en el recorrido de las grietas generadas tras las indentaciones.



Por lo tanto, según nuestros resultados, la mala unión sustrato-recubrimiento que inicialmente se preveía como origen y una de las posibles causas de fracturas en rehabilitaciones totalmente cerámicas no es tal, puesto que no existe dicho problema de unión y la interfase es lo suficientemente resistente como para aguantar intacta las diversas cargas aplicadas. De igual forma y de acuerdo a estos resultados, según nuestra investigación no es necesaria la aplicación de adhesivos intermedios entre el sustrato y el recubrimiento para mejorar dicha unión, como sugieren Cattell y cols.^{tttt} en su estudio, puesto que esto sólo aumentaría el número de capas intermedias y dificultando la técnica de laboratorio de manera innecesaria.

Sin embargo, la interpretación de los resultados debe ser cuidadosa, ya que los diversos modelos para el cálculo de estas propiedades son válidos sólo bajo ciertas condiciones^{95, 134, 135, 138-140, 146} y no hemos podido encontrar bibliografía directa en referencia al análisis de la interfase de las restauraciones ceramocerámicas, siendo sólo una parte del artículo de Jung y cols.¹⁴⁶ la que hace referencia a la realización de indentaciones tipo Vickers en el recubrimiento de materiales cerámicos bicapa, para conocer la resistencia que ofrecen las diferentes capas de los materiales estudiados al avance de las grietas y, de manera superficial, explica la posible aplicación que puede tener esta técnica para el análisis de la interfase sustrato-recubrimiento; obteniendo resultados similares a los que hemos recogido nosotros en este estudio, puesto que concluye con la existencia de una interfase de calidad en los grupos ceramocerámicos que investiga. Como este artículo especifica, Wuttiphan y cols.²³⁵ fueron los que comenzaron a estudiar los materiales cerámicos bicapa en 1996 y propusieron las técnicas de indentación para analizar diferentes propiedades mecánicas y adhesivas de estos materiales.

Sin embargo, no hemos podido identificar, en la bibliografía revisada, un método estandarizado para la realización de las indentaciones, decidiendo cada autor el tipo de punta de la indentación, la carga y el lugar de aplicación, en función del objetivo que persiga en su investigación²³⁶⁻²³⁸.



Así, la mayoría de los autores que estudian los valores de la resistencia a la fractura de los materiales cerámicos, como Briscoe y Özkan²³⁹, utilizan puntas esféricas, tipo Hertz, en los indentadores y siempre aplican las cargas a nivel superficial, no en el interior de las muestras. Jung y cols.²⁴⁰, también utilizan puntas redondeadas, pero en este caso lo hacen para estudiar la fatiga de los materiales cerámicos tras la aplicación de 10^6 ciclos de carga de 200 a 3000 N, en diferentes cerámicas feldespáticas y circoniosas.

Por lo tanto, como se ha comentado previamente, debemos ser cautos con los resultados obtenidos, puesto que no existe una técnica estandarizada para el análisis de la interfase a través de las indentaciones (aunque el tipo de estudio que hemos realizado ya ha sido propuesto previamente en diversos artículos) y se debe potenciar el estudio de las propiedades de esta unión. A pesar de ello, tras los resultados obtenidos, estamos en disposición de afirmar que la unión sustrato-recubrimiento de los materiales estudiados es adecuada y no supone un punto de debilidad en estas restauraciones protésicas.

5. 5. Análisis de la compatibilidad núcleo-recubrimiento

Una vez analizadas la composición de los materiales estudiados (a través de la DRX), la mojabilidad, reactividad y unión de los recubrimientos cerámicos sobre los sustratos (a través de la microscopía de calefacción) y la estabilidad de la interfase (a través de las indentaciones), estamos en disposición de analizar la compatibilidad existente entre ambas capas.

En cuanto a la **composición del núcleo y del recubrimiento**, cabe destacar que ambos materiales cumplen las normas ISO y que han sido ampliamente estudiados por las casas comerciales para, entre otros aspectos, mantener el equilibrio entre los CET que permita la correcta unión entre ambas capas. Por lo tanto, en este sentido, núcleo y

recubrimiento son compatibles, siempre y cuando no se alteren sus propiedades con ciclos de cocción inadecuados o manipulaciones clínicas incorrectas^{241, 242}.

Por otro lado, en cuanto a la *influencia de la temperatura en el comportamiento microestructural de las cerámicas*, cabe recordar que se define *temperatura de sellado* como la temperatura a la que el recubrimiento vítreo impermeabiliza al soporte, según Amoros¹³². La temperatura de sellado no depende del tipo de sustrato y es básicamente la misma para sustancias metálicas y no metálicas⁹⁵. Sin embargo, la temperatura de sellado depende en gran medida del carácter del vidrio fundido; de esta forma, existe una relación entre el grado de viscosidad del recubrimiento vítreo y la temperatura de sellado²⁴³⁻²⁴⁶.

La explicación del binomio viscosidad-temperatura de sellado, es la siguiente: la formación de un revestimiento vítreo implica la sinterización de sus partículas; cuando las partículas de vidrio son calentadas, su viscosidad decrece y cada grano cambia su forma a una más esférica formándose un líquido humectante entre partículas que comienza el sellado recubrimiento-sustrato. Si la temperatura es lo suficientemente alta para mantener cierto grado de viscosidad, las partículas empiezan a conectar entre sí. Este proceso es, a continuación, seguido de un proceso de cristalización a alta temperatura²⁴⁷.

Los *procesos de sinterización y cristalización* pueden ocurrir de forma consecutiva o simultánea. Si la cristalización tiene lugar antes de completarse la sinterización, ésta se ve interrumpida por un abrupto incremento en la viscosidad del material. Bajo estas condiciones, el resultado es la formación de *poros en el material*. Por ello, el proceso de sinterización debe estar completado cuando la cristalización tenga lugar, para obtener materiales vítreos densos y de baja porosidad²⁴⁸. De esta forma, los valores de viscosidad están determinados a partir del análisis de la cinética de sinterización no-isotérmica de un compacto de polvo de vidrio. Por tanto, cualquier factor o proceso que afecte la cinética de sinterización (tamaño de partícula, empaquetamiento, gases disueltos en el vidrio...) afectará los valores de viscosidad obtenidos por el recubrimiento, fomentará la aparición de poros en su interior y perjudicará el sellado entre el sustrato y el recubrimiento^{95, 249}.



De los factores propios del mecanismo de adhesión de dos sustratos (superficies de contacto, energía superficial y humectancia) resulta de gran relevancia la capacidad de la porcelana de recubrimiento fundida de mojar la superficie del núcleo lo suficiente como para garantizar la unión de ambos sustratos. Como ya se expuso en la introducción de este trabajo, la **mojabilidad o humectación** de un material fundido sobre un sólido depende fuertemente de la **energía superficial** del mismo (fuerzas de atracción que producen los enlaces no saturados en la superficie de los cuerpos, directamente proporcional a la capacidad de adhesión). Se deben diferenciar los conceptos de energía superficial y tensión superficial puesto que implican hechos diferentes. La **tensión superficial** disminuye con el aumento de la temperatura, lo cual mejora la adhesión (es decir, la tensión superficial y la adhesión tienen una relación inversamente proporcional).

Una deficiente mojabilidad de la cerámica de recubrimiento sobre el núcleo puede reducir considerablemente la fuerza de unión entre ambos, promoviendo la aparición de fracturas por delaminación y contribuyendo así al fracaso mecánico de la restauración; por lo tanto, el análisis de la mojabilidad del recubrimiento cerámico sobre el sustrato, a través de la microscopía de calefacción, nos aporta datos importantes para el estudio de la interfase sustrato-recubrimiento y de los fenómenos de unión entre ambas capas.

En este sentido, las pruebas de microscopía de calefacción realizadas, muestran unos grados de unión y reactividad bajos al reproducir los ciclos de cocción de las casas comerciales, hecho que se puede deber a la técnica de prensado de la cerámica de recubrimiento que requiere el microscopio de calefacción, para la realización de estas pruebas, como se ha especificado previamente. Sin embargo, el hecho de que al aumentar la temperatura de los ciclos de cocción y, por lo tanto, al conseguir que todo el recubrimiento prensado alcanzase la misma temperatura de manera homogénea, se produjese la fase de esfera previa a la fusión total del recubrimiento, muestra un grado de unión aceptable entre ambas capas, que posteriormente se confirmó con las pruebas de indentación.

Con respecto a las pruebas de indentación y la información que nos aportan sobre la unión sustrato-recubrimiento, podemos decir que se trata de dos capas compatibles, presentando una unión íntima, formando una interfase capaz de soportar cargas entre 30 y 50 Kg. y sin mostrar signos de baja resistencia en todo su recorrido.

5. 6. Causas de fracaso de las restauraciones totalmente cerámicas

Numerosas investigaciones sobre los mecanismos y factores implicados en la *interfase metal-cerámica* han permitido conocer, casi al detalle, las **diferentes causas que pueden provocar fracturas del recubrimiento en las restauraciones céramo-metálicas**^{i 10, N10}. Se han descrito fracasos debidos a la *contaminación superficial de la estructura metálica* que impide la unión de la cerámica fundida, así como el *exceso de producción de óxidos superficiales* que se desprenden fácilmente. También se han descrito fracasos debidos a *diferencias de módulos elásticos entre metal y porcelana* (un exceso de contracción puede generar estrés compresivo tangencial, originando microcracks susceptibles de propagarse) o presencia de *microporos en el interior de la cerámica*, causados en el proceso de condensación y sinterización. Asimismo, un *excesivo espesor de la porcelana de recubrimiento*, la *inadecuada estructura de soporte*, la presencia de *fuerzas oclusales traumáticas* o una *inadecuada preparación dental*, se han descrito como factores contribuyentes al fracaso mecánico de las restauraciones basadas en un sustrato metálico. Además, gracias a las investigaciones realizadas durante tantos años, se han analizado los diferentes patrones de fractura que tienen lugar en las mismas, como recoge Walton en su estudio¹⁵⁴.

Como se comentó en el apartado de introducción, toda esta información, gran parte de ella útil para la comprensión de los posibles mecanismos y factores implicados en las uniones entre cerámicas, pone de manifiesto el largo camino que queda por recorrer para un mayor conocimiento de las cada vez más populares y empleadas *restauraciones ceramocerámicas* en Odontología, así como las causas de su fracaso



mecánico y las posibles alternativas que pudieran conseguir uniones ceramocerámicas con mayor predictibilidad clínica. Sobre todo en el caso concreto de la unión entre cerámica de recubrimiento y circonio.

De recientes publicaciones, podemos recoger los siguientes factores que pueden reducir la resistencia de unión de núcleos de circonia a sus revestimientos^{99, 102-104, 248}:

1. La principal razón de fallo mecánico del recubrimiento tiene su origen en la aparición de **estrés residual** generado en la interfase. En este punto, es importante recordar que la preparación del recubrimiento (generalmente siguiendo la técnica de capas) implica una serie de ciclos térmicos basados en procesos de sinterización/enfriamiento que llevan implícitos los siguientes factores^{250, 251}:

- Desequilibrios en los **coeficientes de expansión térmica (CET)** del núcleo y del recubrimiento (factor crítico para evitar el agrietamiento tras la cocción).

Como se ha comentado en el apartado de introducción, el *coeficiente de expansión térmica* se describe como el cambio de longitud o volumen de un material producido por una variación de temperatura determinada¹⁰³. Experimentalmente, se ha comprobado que discordancias superiores al 10%, dan lugar a dicho agrietamiento, siendo la naturaleza de las grietas dependientes de si el recubrimiento presenta mayor o menor CET que el núcleo subyacente. Un CET muy elevado del núcleo con respecto al recubrimiento puede provocar *delaminación* de este último²⁵². La circonia presenta un valor elevado de CET ($10'2 - 10'8 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ aproximadamente, aunque el CET específico depende de la composición química exacta utilizada por el proveedor del material); por otro lado, existe una gran variedad de porcelanas de recubrimiento disponibles, que pueden tener CET que oscilan, aproximadamente, entre $7-15 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Como se ha comentado múltiples veces a lo largo de este documento, en las restauraciones céramo-metálicas, por lo general, se prefiere que el CET de la porcelana sea ligeramente menor que el del sustrato metálico, para garantizar el enfriamiento durante la compresión (la cerámica de recubrimiento es mucho más resistente frente a la compresión que frente a la tracción)^{103, 184}. Se han diseñado cerámicas de recubrimiento específicas para cofias de óxido de circonio y, por supuesto, las porcelanas con un CET



más próximo al del óxido de circonio específico son consideradas, de forma general, como ideales. Pero, incluso con valores de CET compatibles, si el tratamiento térmico no se realiza de forma correcta, se pueden crear gradientes de temperatura no deseables que conduzcan al fracaso de las restauraciones.

Además, como se ha mencionado anteriormente, la circonia presenta muy *baja conductividad térmica*, hecho que provoca un incremento del estrés térmico residual bajo la superficie del recubrimiento, primariamente generado por la diferencia en la expansión térmica. Los materiales con mayor *tensión o estrés residual* se asocian con *baja conductividad térmica* del núcleo y *elevado coeficiente de expansión térmica*²⁵³⁻²⁵⁷.

- La aparición de *estrés residual* en la interfase también se asocia a gradientes térmicos producidos durante el **enfriamiento**. Si la magnitud del estrés generado durante el mismo excede valores críticos, se produce la aparición y extensión espontánea de grietas. Este hecho aparece íntimamente asociado con el **grosor de la capa del recubrimiento** (éste es un factor importante e incluso las propias casas comerciales advierten del posible fracaso del material si no se respetan los grosores mínimos establecidos)^{258, 259}.

Según afirman Hsueh y cols.²⁰⁰, si el grosor de la porcelana de recubrimiento excede el doble del grosor del núcleo, el riesgo de chipping se incrementa considerablemente^{260, 261}. Por otro lado, si la porcelana de recubrimiento no está adecuadamente soportada por un diseño de estructura anatómica, el riesgo de chipping aumenta también significativamente, como demuestran Rosentritt y cols.²⁰¹ en su estudio sobre coronas de circonio en molares.

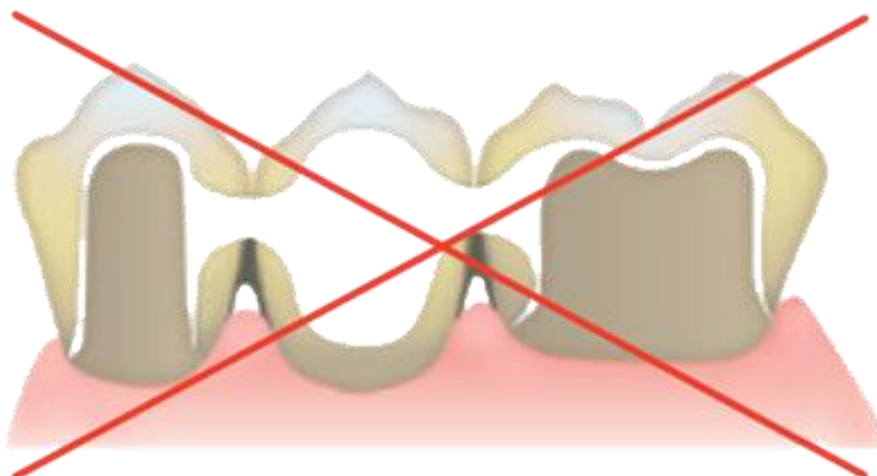


Figura 5.2. Diseño deficiente. El corte transversal muestra que la subestructura de óxido de circonio no ofrece un sostén correcto a la porcelana, excediendo ésta el doble del grosor del núcleo circonioso.

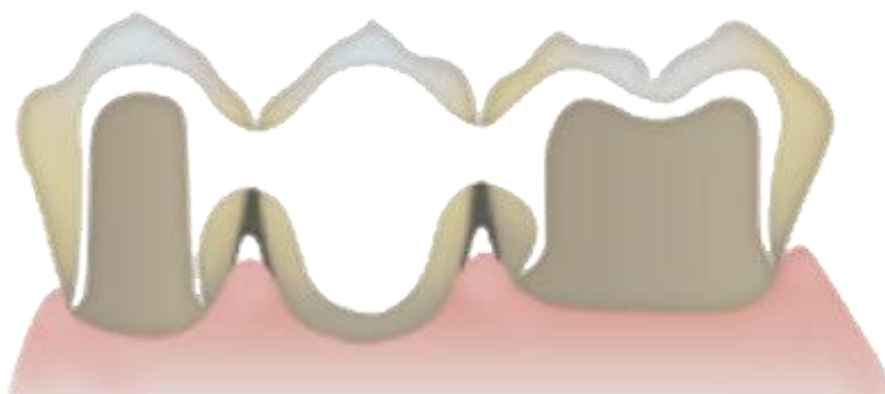


Figura 5.3. Diseño correcto. En este corte transversal se observa una cofia de circonio que ofrece un sostén correcto a la cerámica de recubrimiento.

- Por otro lado, la **bajatermoconductividad del óxido de circonio** produce una distribución desfavorable de la temperatura, originando *estrés interno* en el recubrimiento cerámico durante la cocción y enfriamiento de la restauración, si no se lleva a cabo de forma lenta^{262, 263}. De esta forma, si se tarda significativamente más tiempo en transmitir el calor a través del óxido de circonio y alcanzar la temperatura correcta en el recubrimiento cerámico, podemos decir que si respetamos la duración total del proceso de cocción, permitiremos que los materiales dispongan del tiempo apropiado para alcanzar las temperaturas correctas y la vitrificación deseada de la porcelana. De igual manera, es recomendable prolongar el enfriamiento hasta que todo

el espesor de la cerámica de recubrimiento haya alcanzado el *punto de transición crítico* (la temperatura a la que se alcanza este punto depende del tipo de cerámica y la establece cada casa comercial), teniendo en cuenta que la cerámica de recubrimiento más próxima al núcleo de circonio tarda más tiempo en enfriarse que la porcelana de las capas más superficiales. Si no se cumplen estas premisas, se aumenta el estrés residual de la restauración y las probabilidades de su fracaso clínico. Así lo afirman, en sus respectivos artículos, Dittmer y cols.¹⁹⁷, Swain y cols.¹⁹⁸ y Taskonad y cols.¹⁹⁹.

- Además, la distribución de estrés está muy influenciada por el **módulo elástico del núcleo y del recubrimiento**: núcleos de elevado módulo elástico son capaces de reducir el estrés en la capa de recubrimiento al absorber energía. Sin embargo, por lo general, el reducido módulo elástico del recubrimiento y su diferencia con el núcleo, es causa y origen de fracturas en el primero^{198, 264-268}.

2. El fracaso de las cerámicas de recubrimiento también se asocia a la presencia de **defectos estructurales** que tienen lugar durante el proceso de fabricación del mismo (como la *generación de poros*) y que tienden a concentrar tensiones responsables del inicio de la propagación de grietas. Existen varios tipos y causas de este tipo de defectos que pueden localizarse en la superficie externa, en la masa o en la superficie en contacto con la interfase. Por ser frágiles, este tipo de cerámicas tienen una capacidad limitada de absorber energía elástica, de manera que estos defectos estructurales asociados al estrés generado en la interfase, pueden provocar su fracaso prematuro bajo estrés funcional.

De los factores propios del mecanismo de adhesión de dos sustratos (superficies de contacto, energía superficial y humectancia) resulta de gran relevancia la capacidad de la porcelana de recubrimiento fundida de mojar la superficie del núcleo lo suficiente como para garantizar la unión de ambos sustratos. Como ya se ha expuesto previamente, la *mojabilidad o humectación* de un material fundido sobre un sólido depende fuertemente de la **energía superficial** del mismo (fuerzas de atracción que producen los enlaces no saturados en la superficie de los cuerpos, directamente proporcional a la capacidad de adhesión). Como también se ha mencionado previamente, se deben diferenciar los conceptos de energía superficial y tensión superficial puesto que



implican hechos diferentes. La **tensión superficial** disminuye con el aumento de la temperatura, lo cual mejora la adhesión (es decir, la tensión superficial y la adhesión tienen una relación inversamente proporcional).

Una deficiente mojabilidad de la cerámica de recubrimiento sobre el núcleo puede reducir considerablemente la fuerza de unión entre ambos, promoviendo la aparición de fracturas por delaminación y contribuyendo así al fracaso mecánico de la restauración.

- Entre los **factores que afectan a la tensión superficial**, se encuentran: *la temperatura, la atmósfera del horno, la presencia de sustancias extrañas y el tamaño de las partículas del recubrimiento*⁹⁵.

La tensión superficial disminuye a temperaturas elevadas y aumenta a temperaturas bajas. Los distintos autores cuantifican la disminución de la tensión superficial por cada 100 °C de aumento de la temperatura, en valores cercanos, pero algo distintos. Así, Jouenne²⁶⁹ fija esta disminución en 4 dinas/cm, Scholze¹²⁰ indica que oscila entre 1-10 dinas/cm y Fernández Navarro²⁷⁰ indica que oscila entre 1-2 dinas/cm. Los autores señalan que estos valores se cumplen para los vidriados con los que ellos han trabajado⁹⁵.

Según lo anterior, es importante plantearse el hecho de que según va aumentando la temperatura de los ciclos térmicos, va disminuyendo la tensión superficial del recubrimiento, lo cual facilita la unión sustrato-recubrimiento. Este factor puede ser relevante si tenemos en cuenta que, hoy en día, muchos laboratorios están modificando los ciclos de cocción aconsejados por los fabricantes y están subiendo las temperaturas unos 100-150 grados más de los establecidos. Cabe preguntarse, por lo tanto, si es efectivo este aumento de la temperatura, puesto que actúa en beneficio de la unión sustrato-recubrimiento al *disminuir la tensión superficial* pero desestabiliza el equilibrio existente entre otros factores importantes como son el ajuste o equilibrio en los *coeficientes de expansión térmica* del núcleo de circonio y el recubrimiento. Este desajuste en los coeficientes de expansión térmica, como se ha comentado previamente,

genera un estrés interno en las estructuras de las rehabilitaciones que pueden conducir al fracaso de las mismas por la aparición de fracturas en las diferentes capas^{271, 272}.

Por otro lado, no se debe olvidar que el *enfriamiento lento* es también un factor determinante^{273, 274} y, si se está cociendo por encima de las temperaturas aconsejadas, también se está descontrolando la caída de la temperatura o el enfriamiento hasta la temperatura ambiente, lo cual aumenta el coeficiente de expansión térmica del recubrimiento, alterando el equilibrio existente en el CET del núcleo y del recubrimiento.

3. Cabe mencionar, como factor potencialmente influyente, un aspecto intrínseco al **comportamiento microestructural de la circonia**, que adquiere gran relevancia cuando constituye el sustrato de la restauración. Como se ha comentado previamente, la transformación de fase tetragonal a monoclinica de la circonia, se acompaña de un incremento en volumen (en torno al 4%) que consigue frenar el avance de la grieta a lo largo de la masa, hecho que le confiere a este material mayor dureza comparada con la alúmina y mayor resistencia a la propagación de fracturas^{105, 275, 276}.

Es importante mencionar que las propiedades mecánicas de este material, como la capacidad de incrementar su **dureza superficial** (mecanismo de transformación resistente) mencionado anteriormente, dependen fuertemente de **factores microestructurales** (*tamaño del grano, orientación, tipo y contenido en dopante, contenido en fase monoclinica, etc...*) y de **factores de procesamiento** (*temperatura de sinterización y manipulación*)^{106, 277, 278}.

- Además, debido a la *metaestabilidad de sus cristales*, procedimientos que induzcan la generación de estrés superficial, tales como el fresado, chorreado u otros, pueden ser capaces de inducir la transformación de fase tetragonal a monoclinica, junto con el aumento de volumen correspondiente, promoviendo la aparición de estrés compresivo superficial y, con ello, incrementando la carga flexural al mismo tiempo que se altera la integridad de fase del material²⁷⁹. Este fenómeno, conocido como **degradación o envejecimiento acelerado (LTD – low temperature degradation)**, está muy documentado en la literatura, aunque no existe actualmente una relación clara,



o lo suficientemente contrastada, entre éste y la predictibilidad de la circonia como biomaterial dental^{107, 108}.

- Por otro lado, y con respecto al tema que nos concierne en el presente trabajo, muy recientemente, han aparecido publicados dos estudios que *analizan la interfase* entre núcleos de Y-TZP y sus recubrimientos vítreos mediante Microscopía de Barrido (SEM)²⁸⁰ y Difracción de Rayos X (DRX)¹⁰⁹, poniendo de manifiesto la *transformación a fase monoclinica* que sufren algunos cristales de la superficie de la circonia durante la preparación del recubrimiento, de acuerdo a las técnicas de fabricación estándar. Este hecho, puede contribuir a una menor resistencia de la unión del núcleo con el recubrimiento y, con ello, al fracaso de la restauración por fractura a este nivel^{281, 282}.

Llegados a este punto, cabe recordar que los resultados obtenidos en este estudio, mediante pruebas de indentación, reflejan que la unión sustrato-recubrimiento (interfase) es adecuada y resiste las cargas aplicadas (la grieta generada tras la indentación, atraviesa ininterrumpidamente la zona de la interfase). Sin embargo, este hecho puede no ser contradictorio con los estudios citados anteriormente, puesto que puede existir una transformación a fase monoclinica de algunos cristales de circonio que disminuyan la resistencia de la interfase pero que dicha resistencia siga siendo “aceptable” y se comporte de manera idónea ante la aplicación de cargas.

Tholey y cols.¹⁰⁹ compararon distintas técnicas de procesado estándar de recubrimientos cerámicos: estratificación de capas finas, más gruesas, con líquido humectante, etc. y sus correspondientes ciclos de cocción. Previo a la fase de recubrimiento comprobaron que la superficie del circonio mantenía una estructura tetragonal estable. Los resultados del estudio de estos autores pusieron de manifiesto lo que previamente ya había mencionado Chevalier^{108, 283} en sus excelentes investigaciones al respecto de la circonia. Tholey y cols.¹⁰⁹ demostraron que el proceso de recubrir núcleos de circonio, empleando *capas húmedas*, generaba en la superficie del circonio una *transformación T-M inicial* que, por estrés tensional, desencadenaba un proceso de *nucleación y crecimiento en granos adyacentes*. Observaron que *la superficie de la*

circonia en contacto con la interfase quedaba, finalizada la fase de recubrimiento, en un estado monoclinico mayoritario de baja resistencia mecánica. Este hecho, del que aún existen pocas investigaciones, podría estar íntimamente asociado a la elevada incidencia de fractura en “*chipping*” de la circonia. Razón por la cual, los autores sugieren que la fase de recubrimiento evite, en la medida de lo posible, el empleo de líquidos humectantes, siendo recomendadas técnicas alternativas a la estratificación en capas, como la inyección a presión^{284, 285}. Cabe destacar que, en nuestro estudio, se ha incorporado un recubrimiento inyectado a presión (IPS e.max[®] ZirPress) sobre un sustrato de circonio (IPS e.max[®] ZirCAD) y no se han observado diferencias en la interfase, con respecto a la aplicación de cargas y la generación de grietas y su recorrido, entre este grupo y el resto (cuyos recubrimientos fueron realizados mediante la técnica de capas). Por lo tanto, como se ha comentado previamente, es posible que exista una transformación de fase en la capa más superficial del circonio tras la aplicación del recubrimiento, pero dicha transformación de fase, según los resultados de nuestro estudio, no disminuye considerablemente la resistencia de la interfase (puesto que ésta sigue teniendo un comportamiento “aceptable” ante la aplicación de cargas), ni existen diferencias, en dicha resistencia de la interfase, entre los grupos cuyos recubrimientos se ha realizado mediante la técnica de capas y el grupo con recubrimiento mediante inyección a presión.

Llegados a este punto, es importante reseñar que la existencia de los diversos *factores que influyen en el comportamiento de las cerámicas y en la unión sustrato-recubrimiento* (temperatura, tensión superficial, composición de los sustratos, presión, ángulo de contacto...) como se ha comentado en los apartados anteriores, pueden ser estudiados en mayor o menor profundidad, a través de la **microscopía de calefacción** y del análisis de los ciclos de cocción (estudiando las consecuencias que tienen sobre las cerámicas los cambios en la temperatura de trabajo).

- Los **procesos de sinterización y cristalización** pueden ocurrir de forma consecutiva o simultánea. Si la cristalización tiene lugar antes de completarse la sinterización, ésta se ve interrumpida por un abrupto incremento en la viscosidad del material. Bajo estas condiciones, el resultado es la formación de *poros en el material*.



Por ello, el proceso de sinterización debe estar completado cuando la cristalización tenga lugar, para obtener materiales vítreos densos y de baja porosidad. De esta forma, los valores de viscosidad están determinados a partir del análisis de la cinética de sinterización no-isotérmica de un compacto de polvo de vidrio. Por tanto, cualquier factor o proceso que afecte la cinética de sinterización (tamaño de partícula, empaquetamiento, gases disueltos en el vidrio...) afectará los valores de viscosidad obtenidos por el recubrimiento, fomentará la aparición de poros en su interior y perjudicará el sellado entre el sustrato y el recubrimiento⁹⁵.

4. Por último, es importante destacar la importancia del **proceso de manipulación** de las cerámicas en los laboratorios dentales y en las clínicas para conseguir el éxito de este tipo de restauraciones.

- Es importante que los laboratorios dentales comprueben, de forma periódica, que los **hornos** estén **correctamente calibrados** para conseguir una correcta vitrificación de la porcelana, fundamentalmente en las cofias y subestructuras de puentes de óxido de circonio (no se debe olvidar que su conductividad térmica es mucho menor que la de los metales). Por otro lado, al cocer porcelana sobre múltiples cofias o subestructuras de circonio, es importante la **carga térmica global** (múltiples restauraciones con base de circonio requieren más tiempo para alcanzar una vitrificación correcta que una única restauración de circonio).

Por otro lado, a diferencia de las cofias metálicas en las que es preciso un paso de acabado previo al procesado de la porcelana de recubrimiento, en el caso de las cofias de óxido de circonio no es necesario limpiar o preparar la superficie con instrumental rotatorio. Es decir, no hace falta chorrear la superficie externa de una cofia de óxido de circonio, ya que el proceso de fresado produce una superficie con una rugosidad adecuada para la adición de la porcelana de recubrimiento. Aún así, un chorreado muy suave no parece afectar a la resistencia y sí aumenta la humedad de la porcelana (como indica la casa comercial 3M ESPE).

- A pesar de que existen casas comerciales que indican la posibilidad de hacer grandes estructuras de circonio de hasta 14 piezas, las casas comerciales de los

materiales utilizados en nuestro estudio, citan como *indicaciones* de este tipo de materiales cerámicos: carillas, inlays, onlays, coronas parciales, coronas en regiones anterior y posterior, puentes de 3 a 6 elementos para zonas anterior y posterior, inyección sobre estructuras de coronas individuales de electrodeposición, superestructuras de implantes para restauraciones individuales (regiones anterior y posterior), superestructuras de implantes para puentes de tres piezas hasta el segundo premolar como pilar límite distal y coronas telescópicas primarias. Por otro lado, refieren como principales *contraindicaciones* para su utilización: puentes posteriores que lleguen hasta la región de los molares, puentes de 4 ó más unidades, puentes retenidos con inlays, preparaciones subgingivales muy profundas, pacientes con dentición residual muy reducida, bruxismo, puentes en extensión, puentes Maryland y cualquier otro uso no enumerado en las indicaciones. Es importante destacar, teniendo en cuenta la naturaleza de este estudio, una serie de *contraindicaciones de manipulación* que las propias casas comerciales refieren como:

- No alcanzar el grosor mínimo de los conectores y de la capa de inyección.
- Recubrir con una cerámica diferente a la aconsejada por la casa comercial.
- Inyectar dos o más pastillas en un solo cilindro.
- No colocar cerámicas de recubrimiento sobre estructuras de óxido de circonio con un CET distinto al indicado.
- Utilizar opaquers de cerámicas sobre metal para la inyección sobre estructuras de electrodeposición.

Por lo tanto, parece fundamental que tanto los laboratorios protésicos como los clínicos sigan estas indicaciones y no se manipule mal este tipo de materiales, lo que originaría alteraciones internas en las cerámicas que conducirían, de manera clara, al fracaso clínico.

A estos factores, hay que añadir otros, ajenos al mecanismo de unión y comportamiento de la interfase, pero que pueden estar implicados, asimismo, en la aparición de fracturas del recubrimiento. Ejemplo de ellos serían la presencia de **fuerzas traumáticas intraorales** o de **hábitos parafuncionales**.



A la vista de los resultados obtenidos en el presente estudio, se recomienda un uso sensato de las cerámicas dentales en clínica, siguiendo las indicaciones de las casas comerciales y prestando mucha atención a la preparación de los dientes, así como a las características propias del paciente que pueden comprometer nuestras restauraciones. De igual forma, no se deben manipular clínicamente los sustratos cerámicos, puesto que se pueden generar cambios estructurales en la superficie de los mismos y debemos ser cuidadosos con los retoques oclusales que pueden disminuir el grosor mínimo de recubrimiento cerámico aconsejado y necesario para el mantenimiento de las restauraciones. Otro factor importante radica en la concienciación de los técnicos de laboratorio de la importancia de respetar los ciclos de cocción que aconsejan las casas comerciales, así como de seguir las instrucciones de manipulación de estos materiales en las diferentes fases de trabajo.

5. 7. Futuras investigaciones

En la actualidad, y dado el gran impulso que el circonio ha experimentado en el campo odontológico, se están abriendo nuevas investigaciones al respecto de la implicación que el fenómeno del envejecimiento en el circonio podría tener en la predictibilidad de las restauraciones a largo plazo e intraoralmente, comparando la susceptibilidad al envejecimiento de distintos grupos de circonia presentes en el mercado, de acuerdo a factores de caracterización microestructural y procesamiento de cada uno de ellos, siguiendo los razonamientos y metodologías propuestas originalmente por Chevalier y cols.^{108, 286, 287}.

Por otro lado, también sería positivo realizar ensayos de “dilatometría” para el estudio en detalle de los cambios dimensionales y estructurales, que sufren las cerámicas dentales sometidas a variaciones térmicas programadas.

Por lo tanto, deberíamos focalizar nuestros esfuerzos y las futuras investigaciones, en analizar los cambios estructurales que sufren el circonio y las cerámicas de recubrimiento durante los tratamientos térmicos que reciben; así como en



la manipulación clínica y protésica de los mismos, puesto que son materiales muy sensibles y susceptibles de experimentar cambios microestructurales que conduzcan a su fracaso clínico.



VI

Conclusiones



6. Conclusiones

PRIMERA. La composición y microestructura de los materiales cerámicos de última generación utilizados en este estudio y analizados mediante DRX, se corresponden con la información declarada por el fabricante y cumplen la norma ISO correspondiente.

SEGUNDA. La microscopía de calefacción muestra un grado de mojabilidad y reactividad bajo, de los recubrimientos sobre los sustratos, siendo mejor la unión que presentan los grupos ceramometálicos que los totalmente cerámicos.

TERCERA. Las pruebas de indentación determinan la existencia de una buena interfase recubrimiento-núcleo, tratándose de una unión íntima, tanto en los grupos ceramometálicos como en los ceramocerámicos.

CUARTA. La microscopía de calefacción demuestra que un aumento de temperatura en los ciclos de cocción, de las cerámicas estudiadas, mejoraría la mojabilidad y la reactividad de los recubrimientos sobre los núcleos. Sin embargo, como las pruebas de indentación muestran una buena unión núcleo-recubrimiento y el aumento de la temperatura de sinterización repercute negativamente en diversas propiedades físicas y químicas de las cerámicas, se puede afirmar que la compatibilidad recubrimiento-núcleo (cerámico y metálico) es adecuada y que el origen de los fracasos clínicos no radica en dicha unión.

QUINTA. A la luz de los resultados obtenidos, otras causas, como la inadecuada aplicación de los protocolos de manejo clínico y/o de laboratorio, deberían ser contemplados para justificar la elevada incidencia de fracasos o complicaciones clínicas de estas restauraciones.



VII

Bibliografía



1. Martínez F. Estudio experimental del ajuste marginal en coronas cerámicas de alto contenido en circonia. Tesis doctoral: Universidad Complutense de Madrid; 2005.
2. Sastre R, de Aza S, San Román J. Biomateriales. Castellón de la Plana: Faenza editrice ibérica; 2004.
3. Martínez Rus F, Pradíes Ramiro G, Suárez García MJ, Rivera Gomez B. Cerámicas Dentales: clasificación y criterios de selección. RCOE 2007; 12(4): 253-263.
4. Vega JM. Porcelanas y cerámicas actuales. RCOE 1999; 4: 41-54.
5. Vega JM. Materiales en Odontología: Fundamentos biológicos, clínicos, biofísicos y físico-químicos. Madrid: Avances; 1996.
6. Magne P, Belser U. Esthetic improvements and in vitro testing of In-Ceram Alumina and Spinell ceramic. Int J Prosthodont 1997; 10: 459-66.
7. Fradeani M, Aquilano A, Corrado M. Clinical experience with In-Ceram Spinell crowns: 5-year follow-up. Int J Periodontics Restorative Dent 2002; 22: 525-33.
8. McLaren EA, White SN. Glass-infiltrated zirconia/alumina-based ceramic for crowns and fixed partial dentures. Pract Periodontics Aesthet Dent 1999; 11: 985-94.
9. del Río F, del Río J. Consideraciones sobre nuevos materiales para coronas y puentes dentales. Rev Euro Odontoestomatol 1996; 8: 347-50.
10. Kelly JR, Nishimura I, Campbell SD. Ceramics in dentistry: historical roots and current perspectives. J Prosthet Dent 1996; 75: 18-32.
11. Chong K, Chai J, Takahasi Y, Wozniak W. Flexural strength of In-Ceram alumina and In-Ceram zirconia core materials. Int J Prosthodont 2002; 15: 183-8.
12. Suárez MJ, López JF, Salido MP, Serrano B. Coronas de recubrimiento total cerámicas. Criterios de selección. Rev Euro Odontoestomatol 1999; 11: 249-58.
13. Fons-Font A, Solá-Ruiz MF, Martínez-González A, Casas-Terrón J. Clasificación actual de las cerámicas dentales. RCOE 2001; 6: 645-56.
14. Hatz S, inventor: High strength feldspathic porcelains containing crystalline leucite. US patent 4.798.536. 17 Enero 1989.
15. Wildgoose DG. Glass/ceramic/refractory techniques, their development and introduction into dentistry: a historical literature review. J Prosthet Dent 2004; 91: 136-43.



16. Qualtrough AJE, Piddock V. Ceramics Update. *J Dent* 1997; 25: 91-95.
17. Pallis K, Griggs JA, Woody RD, Guillén GE, Miller AW. Fracture resistance of three all-ceramic restorative systems for posterior applications. *J Prosthet Dent* 2004; 91: 561-9.
18. Moraleda F. Estudio del comportamiento clínico de 194 laminas de porcelana como procedimiento restaurador. Valoración a tres años. Tesis Doctoral. Universidad Complutense de Madrid; 1997.
19. Donovan TE. Factors Essential for Successful All-Ceramic Restorations. *J Am Dent Assoc* 2008; 139: 14S-18S.
20. Sukumaran VG., Narasimha Bharadwaj. Ceramics in Dental Applications. *Trenes Biomater. Artif. Organs* 2006; 20(1): 7-11.
21. Serghi RR, Denry IL, Rosenstiel SF. Relative fracture toughness and hardness of new dental ceramics. *J Prosthet Dent* 1995; 74: 145-50.
22. Oh SC, Dong JK, Luthy H, Scharer P. Strength and microstructure of IPS Empress 2 glass-ceramic after different treatments. *Int J Prosthodont* 2000; 13: 468-72.
23. Culp L. Empress 2. First year clinical results. *J Dent Technol* 1999; 16: 12-5.
24. Pröbster L. Compressive strength of two modern all-ceramic crowns. *Int J Prosthodont* 1992; 5: 409-14.
25. Yoshinari M, Dérand T. Fracture strength of all-ceramic crowns. *Int J Prosthodont* 1994; 7: 329-38.
26. Sailer I, Luthy H, Feher A, Schumacher M, Schärer P, Hammerle CH. 3-year clinical results of zirconia posterior fixed partial dentures made by direct ceramic machining (DCM) [abstr 0074]. *J Dent Res* 2003; 82 (Spec Iss B): 21.
27. Luthardt RG, Sandkuhl O, Reitz B. Zirconia-TZP and alumina: advanced technologies for the manufacturing of single crowns. *Eur J Prosthodont Restor Dent* 1999; 7: 113-9.
28. Suárez MJ, Lozano JF, Salido MP, Martínez F. Three-year clinical evaluation of In-Ceram Zirconia posterior FPDs. *Int J Prosthodont* 2004; 17: 35-8.
29. Andersson M, Razzoog ME, Odén A, Hegenbarth EA, Lang BR. Procera: a new way to achieve an all-ceramic crown. *Quintessence Int* 1998; 29: 285-96.
30. O'Brien WJ. *Dental Materials and Their Selection*. 1997 2ª edición. Ed: Quintessence Books.



31. Wagner WC, Chu TM. Biaxial flexural strength and indentation fracture toughness of three dental core ceramics. *J Prosthet Dent* 1996; 76: 140-4.
32. Tinschert J, Natt G, Mautsch W, Spiekermann H, Anusavice KJ. Marginal fit of alumina-and zirconia-based fixed partial dentures produced by a CAD/CAM system. *Oper Dent* 2001; 26: 367-74.
33. Fasbinder DJ. CAD/CAM ceramic restorations in the operator and laboratory. *Compend Contin Educ Dent* 2003; 24: 595-605.
34. Schneider W. Cerec 3D: a new dimension in treatment. *Int J Comput Dent* 2003; 6: 57-66.
35. Fasbinder DJ. Restorative material options for CAD/CAM restorations. *Compend Contin Educ Dent* 2002; 23: 911-24.
36. Neumann P. CAD/CAM: ceramics an overview for the Cerec practitioner. *Int J Comput Dent* 1999; 2: 45-57.
37. Zeng K, Odén A, Rowcliffe D. Flexure tests on dental ceramics. *Int J Prosthodont* 1996; 9: 434-9.
38. Odén A, Andersson M, Krystek-Ondracek I, Magnusson D. Five-year clinical evaluation of Procera AllCeram crowns. *J Prosthet Dent* 1998; 80: 450-6.
39. Suttor D. Lava zirconia crowns and bridges. *Int J Comput Dent* 2004; 7: 67-76.
40. Rosentritt M, Behr M, Handel G. Fixed partial dentures: all-ceramics, fibre-reinforced composites and experimental systems. *J Oral Rehabil* 2003; 30: 873-7.
41. Garvie RC, Hannink RH, Pascoe RT. Ceramic steel?. *Nature* 1975; 258: 703-4.
42. Stevens R. Introduction to Zirconia. Manchester: Magnesium Elektron; 1986.
43. Green DJ, Hannink RH, Swain MV. Transformation toughening of ceramics. Florida: CRS Press; 1989.
44. Jedyakiewicz NM, Martin N. CEREC: science, research, and clinical application. *Compend Contin Educ Dent* 2001; 22: 7-13.
45. Zhang Y, Griggs JA, Benham AW. Influence of powder/liquid mixing ratio on porosity and translucency of dental porcelains. *J Prosthet Dent* 2004; 91: 128-35.
46. Piche PW, O'Brien WJ, Groh CL, Boenke KM. Leucite content of selected dental porcelains. *J Biomed Mater Res* 1994; 28: 603-9.
47. Evans DB, Barghi N, Malloy CM, Windeler AS. The influence of condensation method on porosity and shade of body porcelain. *J Prosthet Dent* 1990; 63: 380-9.



48. Aranda R, Barghi N. An evaluation of four techniques for condensation of three opaque porcelains. *J Prosthet Dent* 1988; 60: 29-31.
49. Morin M. CEREC: the power of technology. *Compend Contin Educ Dent* 2001; 22: 27-9.
50. Prevost AP, Bouchard Y. Cerec: correlation, an accurate and practical method for occlusal reconstruction. *Int J Comput Dent* 2001; 4: 185-93.
51. Kurbad A. Cerec goes inLab: the metamorphosis of the system. *Int J Comput Dent* 2001; 4: 125-43.
52. Berger RP. The art of dental ceramic sculpturing. *Dent Tech* 1983; 36: 22-9.
53. Ottl P, Piwowarczyk A, Lauer HC, Hegenbarth EA. The Procera AllCeram system. *Int J Periodontics Restorative Dent* 2000; 20: 151-61.
54. McLean JW, Kedge MI, Hubbard JR. The bonded alumina crown 2. Construction using the twin foil technique. *Aust Dent J* 1976; 21: 262-8.
55. Suttor D, Bunke K, Hoescheler S, Hauptmann H, Hertlein G. LAVA: the system for all-ceramic ZrO₂ crown and bridge frameworks. *Int J Comput Dent* 2001; 4: 195-206.
56. Brunton PA, Smith P, McCord JF, Wilson NH. Procera all-ceramic crowns: a new approach to an old problem?. *Br Dent J* 1999; 186: 430-4.
57. Radz GM. A new CAD/CAM esthetic crown system. *Compend Contin Educ Dent* 1998; 19: 560-6.
58. Hewlett ER, Orro ME, Clark GT. Accuracy testing of three-dimensional digitizing systems. *Dent Mater* 1992; 8: 49-53.
59. Luthardt RG, Sandkuhl O, Herold V, Walter MH. Accuracy of mechanical digitizing with a CAD/CAM system for fixed restorations. *Int J Prosthodont* 2001; 14: 146-51.
60. Van Zel JM. Comparación entre los sistemas CAD/CAM actuales. *Quintessence Tec* (ed. esp.) 1999; 10: 392-403.
61. McLaren EA, Terry DA. CAD/CAM systems, materials, and clinical guidelines for all-ceramic crowns and fixed partial dentures. *Compend Contin Educ Dent* 2002; 23: 637-54.
62. Andersson M, Carlsson L, Persson M, Bergman B. Accuracy of machine milling and spark erosion with a CAD/CAM system. *J Prosthet Dent* 1996; 76: 187-93.
63. Duke ES. The status of CAD/CAM in restorative dentistry. *Compend Contin Educ Dent* 2001; 22: 968-72.



64. Wayman CM. Martensitic transformations. En: The American Ceramic Society. Science and technology of zirconia. Advances in ceramics. Vol. 3. Columbus: Heuer & Hobbs; 1981. p. 64.
65. Muñoz CA. A comparative study of the strength of aluminous porcelain jackets crowns constructed with the conventional and twin foil technique. *J Prosthet Dent* 1982; 48: 271-82.
66. Mehl A, Hickel R. Current state of development and perspectives of machine-based production methods for dental restorations. *Int J Comput Dent* 1999; 2: 9-35.
67. Philp GK, Brukl CE. Compressive strengths of conventional, twin foil, and all ceramic crows. *J Prosthet Dent* 1984; 52: 215-23.
68. Vickery RC, Badinelli LA, Waltke RW. The direct fabrication of restorations without foil on a refractory die. *J Prosthet Dent* 1969; 21: 227-34.
69. Malament KA, Socransky SS. Survival of Dicor glass-ceramic dental restorations over 16 years. Part III: effect of luting agent and tooth or tooth-substitute core structure. *J Prosthet Dent* 2001; 86: 511-9.
70. Erpenstein H, Borchard R, Kerschbaum T. Long-term clinical results of galvano-ceramic and glass-ceramic individual crowns. *J Prosthet Dent* 2000; 83: 530-4.
71. Bapna MS, Mueller HJ. Study of devitrification of Dicor glass. *Biomaterials* 1996; 17: 2045-52.
72. Nahara Y, Sadamori S, Hamada T. Clinical evaluation of castable apatite ceramic crowns. *J Prosthet Dent* 1991; 66: 754-8
73. Dong JK, Lüthy H, Wohlwend A, Schärer P. Heat-pressed ceramics: technology and strength. *Int J Prosthodont* 1992; 5: 9-16.
74. Uctasli S, Wilson HJ, Unterbrink G, Zaimoglu A. The strength of a heat-pressed all-ceramic restorative material. *J Oral Rehabil* 1996; 23: 257-61.
75. Mackert JR Jr, Russell CM. Leucite crystallization during processing of a heat-pressed dental ceramic. *Int J Prosthodont* 1996; 9: 261-5.
76. Cattell MJ, Clarke RL, Lynch EJ. The transverse strength, reliability and microstructural features of four dental ceramics. Part I. *J Dent* 1997; 25: 399-407.
77. Gorman CM, McDevitt WE, Hill RG. Comparison of two heat-pressed all-ceramic dental materials. *Dent Mater* 2000; 16: 389-95.



78. Cattell MJ, Chadwick TC, Knowles JC, Clarke RL, Lynch E. Flexural strength optimisation of a leucite reinforced glass ceramic. *Dent Mater* 2001; 17: 21-33.
79. Trushkowsky RD. Ceramic inlay fabrication with three-dimensional copy milling technology: Celay. *Compend Contin Educ Dent* 1998; 19: 1077-86.
80. Siervo S, Bandettini B, Siervo P, Falleni A, Siervo R. The CELAY system: a comparison of the fit of direct and indirect fabrication techniques. *Int J Prosthodont* 1994; 7: 434-39.
81. Eidenbenz S, Lehner CR, Schärer P. Copy milling ceramic inlays from resin analogs: a practicable approach with the CELAY system. *Int J Prosthodont* 1994; 7: 134-42.
82. Luthy H, Filser F, Loeffel O, Schumacher M, Gauckler L, Hammerle CH. Strength and reliability of 4-unit all-ceramic bridges [abstr 0722]. *J Dent Res* 2003; 82 (Spec Iss B): 102.
83. Groger G, Rosentritt M, Behr M, Handel G. Ceramic veneering of Au alloy and CAM zirconia ceramic [abstr 1454]. *J Dent Res* 2003; 82 (Spec Iss B): 194.
84. Capel F. Procesado, sinterización, estabilidad y propiedades de materiales cerámicos de circonia tetragonal en los sistemas $ZrO_2-TiO_2-CeO_2$ y $ZrO_2-TiO_2-Y_2O_3$. Tesis doctoral: Universidad Complutense de Madrid; 1998.
85. Rühle M, Claussen N, Heuer AH. Microstructural studies of Y_2O_3 containing tetragonal zirconia polycrystals (Y-TZP). En: The American Ceramic Society. Science and technology of zirconia II. Advances in ceramics. Vol. 12. Columbus: Heuer & Hobbs; 1983. p. 352.
86. Kon M, Ishikawa K, Kuwayama N. Effect of zirconia addition on fracture toughness and bending strength of dental porcelains. *Dent Mater J* 1990; 9: 181-92.
87. Seghi RR, Sorensen JA. Relative flexural strength of six new ceramic materials. *Int J Prosthodont* 1995; 8: 239-46.
88. Luthardt RG, Rieger W, Musil R. Grinding of zirconia-TZP in dentistry. CAD/CAM technology for the manufacturing of fixed dentures. *Bioceramics* 1997; 10: 437-40.
89. Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. *Dent Mater* 1999; 15: 426-33.



90. Filser F, Lüthy H, Kocher P, Schärer P, Gauckler L. Prótesis de cerámica en la zona de los dientes laterales. Análisis de materiales en cuanto a la carga máxima admisible y la fiabilidad. Quintessence Tec (ed. esp.) 2002; 13: 279-91.
91. de Aza AH, Chevalier J, Fantozzi G, Schehl M, Torrecillas R. Crack growth resistance of alumina, zirconia and zirconia toughened alumina ceramic for joint prostheses. Biomaterials 2002; 23: 937-945.
92. Anusavice KJ. Ciencia de los Materiales Dentales. Madrid: Mc Graw Hill Interamericana; 1998.
93. Mc Lean JW. Evolution of Dental Ceramics in the Twentieth Century. J Prosthet Dent 2001; 85: 61-6.
94. Patrick Naylor W. Introduction to Metal-Ceramic Technology. 2ª edición. Barcelona: Quintessence Books; 2009.
95. García C. Desarrollo de vidrios alcalinos y alcalinoborácicos para recubrimientos. Caracterización mecánica por indentación y microestructural. Tesis doctoral: Universidad Politécnica de Valencia; 2001.
96. Chevalier J. Slow crack growth behavior of 3Y-TZP biomedical ceramics. Tesis doctoral: National Institute of Applied Sciences of Lyon; 1996.
97. Thompson JY, Sroner BR, Pinocik JR. Ceramics for restorative dentistry: Critical aspects for fracture and fatigue resistance. Mater Sci Engineering 2007; C 27: 565-569.
98. Lange FF. Transformation-toughened ZrO_2 : Correlations between grain size control and composition in the system ZrO_2 - Y_2O_3 . J Am Ceram Soc 1986; 69: 240-2.
99. Aboushehib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. Part II: Zirconia veneering ceramics. Dent Mater 2006: 857-863.
100. Studart AR, Filser F, Kocher P. Mechanical and fracture behavior of veneered-framework composites for all-ceramic dental bridges. Dent Mater 2007; 23: 115-123.
101. Raigrodski AJ, Chiche GJ, Potiket N. The efficacy of posterior three-unit zirconium-oxide-based ceramic fixed partial dental prostheses: a prospective clinical pilot study. J Prosthet Dent 2006; 96:237-44.
102. Lawn BR. Ceramic-based layer structures for biomechanical applications. Current Opinion in Solid State and Materials Science 2002; 6: 229-35



103. Swain MV. Unstable cracking (chipping) of vennering porcelain on all-ceramic dental crowns and fixed partial dentures. *Act Biomater* 2009; 5: 1668-1677
104. Aboushelib M, De Jager N, Pallav P, Feilzer AJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. *Dent Mater* 2005; 21: 984-91.
105. de Aza AH, Chevalier J, Fantozzi G, Schehl M, Torrecillas R. Slow-crack-growth behavior of zirconia toughened alumina ceramic processed by different methods. *J Am Ceram Soc* 2003; 86: 115-120.
106. Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater* 2008; 24: 299-307.
107. Lawson S. Environmental degradation of zirconia ceramics. *J Eur Ceram Soc* 1995; 15: 485-502.
108. Chevalier J. What future for zirconia as a biomaterial? *Biomater* 2006; 27: 535-43.
109. Tholey MJ, Berthold C, Swain MV, Thiel N. XRD² micro-diffraction analysis of the interface between Y-TZP and vennering porcelain: Role of applications methods. *Dent Mater* 2010; 26: 545-52.
110. Brochu JF; El-Mowafy O. Longevity and Clinical Performance of IPS-Empress Ceramic restorations. A Literature Review. *J Can Dent Assoc* 2002; 68(4): 233-7.
111. Miyazaki T. et al. A Review of Dental CAD/CAM: Current Status and Future Perspectives from 20 Years of Experience. *Dent Mater J* 2009; 28(1): 44-56.
112. Heintze SD. Wear of ceramic and antagonist-A sistematic evaluation of influencing factors in vitro. *Dent Mater* 2008; 24: 433-449.
113. Won- suck Oh, Delong R, Anusavice KJ. Factors affecting enamel and ceramic wear: A literature review. *J Prosthet Dent* 2002; 87: 451-9.
114. Gupta TK. Sintering of tetragonal zirconia and its characteristics. *Sci Sinter* 1978; 10: 205-10.
115. Sato T, Shimada M. Transformation of yttria-doped tetragonal ZrO₂ polycrystals by annealing in water. *J Am Ceram Soc* 1985; 68: 356-9.
116. Kriven WM, Fraser WL, Kennedy SW. The martensite crystallography of tetragonal zirconia. En: *The American Ceramic Society. Science and technology of zirconia. Advances in ceramics. Vol. 3. Columbus: Heuer & Hobbs; 1981. p. 82.*



117. Kelly PM, Ball CJ. Crystallography of stress induced martensitic transformation in partially stabilised zirconia. *J Am Ceram Soc* 1986; 69: 259-64.
118. Moore DG, Pitts JW, Richmond JC, Harrison WN. Galvanic corrosion theory for adherence of porcelain enamel ground coats to steel. *Journal of the American Ceramic Society* 1954; 37: 1-6.
119. Suputtamongkol K. Clinical performance and wear characteristics of veneered lithia-disilicate-based ceramic crowns. *Dent Mater.* 2008; 24: 667-673.
120. Scholze H. *El vidrio; tensión superficial*. Paris: Instituto del vidrio; 1980.
121. Tomsia AP, Pask JA. Bonding of dental glass to Ni-Cr alloys. *Journal of the American Ceramic Society* 1986; 69: 239-40.
122. Lange FF, Dunlop GL, Davis BI. Degradation during aging of transformation-toughened zirconia-yttria materials at 250° C. *J Am Ceram Soc* 1986; 69: 237-40.
123. Yoshimura M, Noma T, Kawabata K, Somiya S. Role of H₂O on the degradation process of Y-TZP. *J Mater Sci* 1987; 22: 465-67.
124. Ardlin BI. Transformation-toughened zirconia for dental inlays, crowns and bridges: chemical stability and effect of low-temperature aging on flexural strength and surface structure. *Dent Mater* 2002; 18: 590-5.
125. Walton TR. A 10-year longitudinal study of fixed prosthodontics: clinical characteristics and outcome of single-unit metal-ceramic crowns. *Int J Prosthodont* 1999; 12: 519-26.
126. Gupta TK, Bechtold JH, Kuznickie RC, Cadoff LH, Rossing BR. Stabilisation of tetragonal phase in polycrystalline zirconia. *J Mat Sci* 1977; 12: 2421-26.
127. Gupta TK, Lange FF, Bechtold JH. Effect of stress induced phase transformation on the properties of polycrystalline zirconia containing metastable tetragonal phase. *J Mat Sci* 1978; 13: 1464-71.
128. Coromoto M. Nueva ruta para la obtención de materiales de composición eutéctica dentro del sistema Wollastonita-Fosfato tricálcico. Tesis doctoral: Instituto de Cerámica y Vidrio; 2010.
129. Wiesendager R. *Scanning probe microscopy and spectroscopy. Methods and applications*. University Press, Cambridge, 1994.
130. Humenik, Kingery D. Metal-ceramic interactions: III, surface tension and wettability of metal-ceramic systems. *J Am Ceram Soc* 1954; 37: 18-23.



131. Sharps PR, Tomsia AP, Pask JA. Wetting and spreading in the Cu-Ag system. *Acta Metall* 1981; 29: 855-65.
132. Amoros JL. Vidriados cerámicos. *Técnica Cerámica* 1992; 206: 571-84.
133. Gong J, Wu J, Guan Z. Analysis of the indentation size effect on the apparent hardness for ceramics. *Mater Letter* 1999; 38: 197-201.
134. Meza JM, Chaves CA, Vélez JM. Técnicas de indentación: medición de propiedades mecánicas en cerámicas. *DYNA* 2006; 149: 81-93.
135. Alkorta J, Gil Sevillano J. Medida de la dureza de sólidos mediante nanoindentación. *Bol. Soc. Esp. Ceram.* 2005; 44: 259-64.
136. Huang H, Damjanac B, Detournay E. Numerical modeling of normal wedge indentation in rocks with lateral confinement. *Int J Rock Mech & Min Sci* 1997; 34: 3-4.
137. Ruff AW, Shin H, Evans CJ. Damage processes in ceramics resulting from diamond tool indentation and scratching in various environments. *Wear* 1995; 181: 551-62.
138. Mata M, Anglada M, Alcalá J. Medición in situ de propiedades mecánicas mediante micro-indentación instrumentalizada. *Anales de mecánica de la fractura* 2001; 18: 360-66.
139. Rico A, Garrido MA, Otero E, Rodríguez J. Nanoindentación en materiales cerámicos: efecto de la carga y de la geometría del indentador. *Bol. Soc. Esp. Ceram.* 2007; 56: 253-58.
140. Saura JJ, Habib KA, Ferrer C, Damra MS, Cervera I, Giménez E, Cabedo L. Propiedades mecánicas y tribológicas de recubrimientos alúmina/titania proyectados por oxifuel (spray llama). *Bol. Soc. Esp. Ceram.* 2008; 47: 7-12.
141. Padmanabhan SK, Balakrishnan A, Chu MC, Kim TN, Cho SJ. Micro-indentation fracture behavior of human enamel. *Dent Mater* 2010; 26: 100-4.
142. Atar E, Sarioglu C, Demirler U, Sabri Kayali E, Cimenoglu H. Residual stress estimation of ceramic thin films by X-ray diffraction and indentation techniques. *Scrip Mater* 2003; 48: 1331-36.
143. Liang J, Wang Y, Fang G, Han J. Research on thermal shock resistance of ZrB₂-SiC-AlN ceramics using an indentation-quench method. *J Alloys Comp* 2010; 493: 695-98.



144. Dong XD, Darvell BW. Stress distribution and failure mode of dental ceramic structures under Hertzian indentation. *Dent Mater* 2003; 19: 542-51.
145. Ullner C, Beckmann J, Morrell R. Instrumented indentation test for advanced technical ceramics. *J Eur Ceram Soc* 2002; 22: 1183-9.
146. Jung YG, Wuttiphan S, Peterson IM, Lawn BR. Damage modes in dental layer structures. *J Dent Res* 1999; 78: 887-97.
147. Sindel J, Frankenberger R, Krämer N, Petschelt A. Crack formation of all-ceramic crowns dependent on different core build-up and luting materials. *J Dent* 1999; 27: 175-81.
148. Gong J, Wu J, Guan Z. Examination of the indentation size effect in low-load Vickers Hardness testing of ceramics. *J Eur Ceram Soc* 1999; 19: 2625-31.
149. Yuan F, Hayashi K. Influence of the alumina coating on crack initiation in indentation. *Wear* 1999; 225: 83-9.
150. García-Heras M, Rincón JM, Romero M, Villegas MA. Indentation properties of ZrO₂-SiO₂ coatings on glass substrates. *Mater Res Bull* 2003; 38: 1635-44.
151. Gong J. Indentation toughness of ceramics: a statistical analysis. *Ceram Int* 2002; 28: 767-72.
152. Park JM. Influence of investment/ceramic interaction layer on interfacial toughness of body ceramic bonded to Lithia-based ceramic. *J Korean Acad Prosthodont* 2006; 44: 683-89.
153. Zinelis S, Barmpagadaki X, Vergos V, Chakmakchi M, Eliades G. Bond strength and interfacial characterization of eight low fusing porcelains to cp Ti. *Dent Mater* 2010; 26: 264-73.
154. Hickel R, Dasch W, Mehl A, Kremers L. CAD/CAM: fillings of the future?. *Int Dent J* 1997; 47: 247-58.
155. Donovan T, Simonsen RJ, Guertin G, Tucker RV. Retrospective clinical evaluation of 1,314 cast gold restorations in service from 1 to 52 years. *J Esthet Restor Dent* 2004; 16: 194-204.
156. Zeng K, Odén A, Rowcliffe D. Evaluation of mechanical properties of dental ceramic core materials in combination with porcelains. *Int J Prosthodont* 1998; 11: 183-9.
157. Al-Dohan HM, Yaman P, Dennison JB, Razzoog ME, Lang BR. Shear strength of core-veneer interface in bi-layered ceramics. *J Prosthet Dent* 2004; 91: 349-55.



158. Jiménez A. Comportamiento de los materiales en el medio biológico. Biocompatibilidad de los materiales odontológicos. En: Toledano M, Osorio R, Sánchez F, Osorio E. Arte y ciencia de los materiales odontológicos. Madrid: Avances; 2003. p. 65-81.
159. Grey NJ, Piddock V, Wilson MA. In vitro comparison of conventional crown and a new all-ceramic system. *J Dent* 1993; 21: 47-51.
160. Williams DF. Definitions of Biomaterials. Amsterdam: Elsevier; 1987.
161. Hench LL. Bioceramics: From concept to clinic. *J Am Ceram Soc* 1991; 7: 1487-510.
162. Álvarez-Fernández MA, Peña-López JM, González-González IR, Olay-García MS. Características generales y propiedades de las cerámicas sin metal. *RCOE* 2003; 8: 525-46.
163. Martínez Rus F, Pradíes Ramiro G, Suárez García MJ, Rivera Gómez MB. Ajuste marginal de restauraciones cerámicas de óxido de circonio. Madrid: Compañía Española de Reprografía y Servicios S.A; 2009.
164. Suárez MJ, López JF, Martínez JM. Evaluación clínica de las restauraciones cerámicas sobre núcleo fibroso. *Estomodeo* 1993; 45: 20-3.
165. López JF, Marcos J. Estética y prótesis: La cerámica Mirage II Fiber. *Estomodeo* 1991; 37: 11-4.
166. Fritzsche G. Correlation and function in Cerec 3D--what is new?. *Int J Comput Den* 2003; 6: 83-8.
167. Pröbster L. El desarrollo de las restauraciones completamente cerámicas. Un compendio histórico (I). Quintessence (ed. esp.) 1998; 11: 515-9.
168. Karkar IG. A simple, practical method for optimizing aesthetic results of CEREC milled restorations. *Dent Today* 2001; 20: 106-11.
169. Burke FJ. Fracture resistance of teeth restored with dentin-bonded crowns constructed in a leucite-reinforced ceramic. *Dent Mater* 1999; 15: 359-62.
170. Haselton DR, Diaz-Arnold AM, Hillis SL. Clinical assessment of high-strength all-ceramic crowns. *J Prosthet Dent* 2000; 83: 396-401.
171. Raigrodski AJ, Chiche GJ, Potiket N. The efficacy of posterior three-unit zirconiumoxide- based ceramic fixed partial dental prostheses: a prospective clinical pilot study. *J Prosthet Dent* 2006; 96: 237-44.
172. Sailer I, Feher A, Filser F. Prospective clinical study of zirconia posterior fixed partial dentures: 3-year follow up. *Quintessence Int* 2006; 37: 685-93.



173. Tinschert J, Natt G, Latzke P. All-ceramic FPDs made of DC-Zirkon, a clinical concept with success. *Int J Prosthodont* 2001; 14: 231-38.
174. Denry IL, Holloway JA, Rosenstiel SF. Effect of ion exchange on the microstructure, strength, and thermal expansion behavior of a leucite-reinforced porcelain. *J Dent Res* 1998; 77: 583-8.
175. McLean JW, Hughes TH. The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides. *Br Dent J* 1965; 119: 251-67.
176. González R, Pareja R, Ballesteros C. *Microscopía Electrónica*. Madrid: Eudema; 1991.
177. Marigo L, Vitorini G, Piselli D, Saccamanno S, Runi G. Pulp-dentin protection: the biocompatibility of materials most commonly used in restorative work. A literature review. *Minerva Stomatol* 1999; 48: 373-95.
178. Pradíes Ramiro GJ. Estudio experimental con “analizador de imagen” del ajuste de espigas coladas realizadas mediante técnica directa e indirecta de confección de patrones. Tesis doctoral: Universidad Complutense de Madrid; 1996.
179. Sierra Bravo R. Tesis doctorales y trabajos de investigación científica. 3ed. Madrid: Paraninfo; 1994.
180. Martín A, Luna JD. *Bioestadística para ciencias de la salud*. Madrid: Norma; 1995.
181. Calatayud J, Martín G. *Bioestadística en la investigación odontológica*. Madrid: Pues; 2002.
182. Torre Villar E, Navarro de Anda R. *Metodología de la investigación bibliográfica, archivista y documental*. México: Mc Graw Hill; 1987.
183. Comité Internacional de Editores de Revistas Médicas: Normas uniformes para los originales enviados a las revistas biomédicas. *Avc Odontoestomatol* 1988; 6: 303-7.
184. Mascarós S, Faraldos M, Goberna C. *Difracción de Rayos X en técnicas de análisis y caracterización de materiales*. Madrid: Consejo Superior de Investigaciones Científicas; 2003.
185. Bermúdez-Polonio J. *Métodos de Difracción de Rayos X; principios y aplicaciones*. Madrid: Ediciones Pirámide; 1981.
186. Scott HG. Phase relationships in the zirconia-yttria system. *J Mater Sci* 1975; 10:1527-35.



187. Papanagiotou HP, Morgano SM, Giordano RA, Pober R. "In vitro evaluation of low-temperature aging effects and finishing procedures on the flexural strength and structural stability of Y-TZP dental ceramics". *J Prosthet Dent* 2006; 96: 154-64.
188. Raigrodski AJ. Contemporary materials and technologies for all-ceramic fixed partial dentures: A review of the literature. *J Prosthet Dent* 2004; 92: 557-62.
189. Christel P, Meunier A, Heller M, Torre JP, Peille CN. Mechanical properties and short-term in-vivo evaluation of yttrium-oxide-partially-stabilized zirconia. *J Biomed Mater Res* 1989; 23: 45-61.
190. Tinschert J, Natt G, Mautsch W, Augthun M, Spiekermann H. Fracture resistance of lithium disilicate-, alumina-, and zirconia-based three-unit fixed partial dentures: a laboratory study. *Int J Prosthodont* 2001; 14: 231-8.
191. Luthardt RG, Holzhueter M, Sandkuhl O, Herold V, Schnapp JD, Kuhlisch E, et al. Reliability and properties of ground Y-TZP-zirconia ceramics. *J Dent Res* 2002; 81: 487-91.
192. Filser F, Lüthy H, Kocher P, Schärer P, Gauckler L. Prótesis de cerámica en la zona de los dientes laterales. Análisis de materiales en cuanto a la carga máxima admisible y la fiabilidad. *Quintessence Tec* (ed. esp.) 2002; 13: 279-91.
193. Raigrodski AJ. Clinical and laboratory considerations for the use of CAD/CAM Y-TZP-based restorations. *Pract Proced Aesthet Dent* 2003; 15: 469-76.
194. Sundh A, Sjogren G. A comparison of fracture strength of yttrium-oxide-partially-stabilized zirconia ceramic crowns with varying core thickness, shapes and veneer ceramics. *J Oral Rehabil* 2004; 31: 682-8.
195. Luthardt RG, Holzhueter MS, Rudolph H, Herold V, Walter MH. CAD/CAM-machining effects on Y-TZP zirconia. *Dent Mater* 2004; 20: 655-62.
196. Guazzato M, Proos K, Quach L, Swain MV. Strength, reliability and mode of fracture of bilayered porcelain/zirconia (Y-TZP) dental ceramics. *Biomaterials* 2004; 25: 5045-52.
197. Dittmer MP, Borchers L, Stiesch M, Kohorst P. Stresses and distortions within zirconia-fixed dental prostheses due to the veneering process. *Acta Biomater* 2009; 5: 3231-9.
198. Swain MV. Unstable cracking (chipping) of veneering porcelain on all-ceramic dental crowns and fixed partial dentures. *Acta Biomater* 2009; 5: 1668-77.



199. Taskonad B, Borges GA, Mecholsky JJ, Anusavice KJ, Moore BK, Yan J. The effects of viscoelastic parameters on residual stress development in a zirconia/glass bilayer dental ceramic. *Dent Mater* 2008; 24: 1149-55.
200. Hsueh CH, Thompson GA, Jadaan OM, Wereszczak AA, Becher PF. Analyses of layer-thickness effects in bilayered dental ceramics subjected to thermal stresses and ring-on-ring test. *Dent Mater* 2008; 24: 9-17.
201. Rosentritt M, Steiger D, Behr M, Handes G, Kolbeck C. Influence of substructure design and spacer settings on the in vitro performance of molar zirconia crowns. *J Dent* 2009; 37: 978-83.
202. Kohorst P, Brinkmann H, Dittmer MP, Borchers L, Stiesch M. Influence of the veneering process on the marginal fit of zirconia fixed dental prostheses. *J Oral Rehabil* 2010; 37: 283-91.
203. De Jager N, de Kler M, van der Zel JM. The influence of diferente core material on the FEA-determined stress distribution in dental crowns. *Dent Mater* 2006; 22: 234-42.
204. Heintze SD, Rousson V. Survival of Zirconia-and Metal –Supported Fixed Dental Prostheses: A Systematic Review. *Int J Prosthodont* 2010; 23: 493-502.
205. Aboushelib MN, de Kler M, van der Zel JM, Feilzer AJ. Effect of veneering method on the fracture and bond strength of bilayered zirconia restorations. *Int J Prosthodont* 2008; 21: 237-40.
206. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part I. Pressable and alumina glass-infiltrated ceramics. *Dent Mater* 2004; 20: 441-8.
207. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater* 2004; 20: 441-56.
208. Fleming GJ, Dickens M, Thomas LJ, Harris JJ. The in vitro failure of all-ceramic crowns and the connector area of fixed partial dentures using bilayered ceramic specimens: the influence of core to dentin thickness ratio. *Dent Mater* 2006; 22: 771-7.
209. Pinto MM, Cesar PF, Rosa V, Yoshimura HN. Influence of Ph on slow crack growth of dental porcelains. *Dent Mater* 2008; 24: 814-23.
210. Taskonak B, Yan J, Mecholsky JJ Jr, Sertgöz A, Kocak A. Fractographic analyses of zirconia-based fixed partial dentures. *Dent Mater* 2008; 24: 1077-82.



211. Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. Strength and reliability of surface treated Y-TZP dental ceramics. *J Biomed Mater Res* 2000; 53: 304-13.
212. Hämmerle CHF. Success and failure of fixed bridge-work. *Periodontol* 2000 1994; 4: 41-51.
213. Guazzato M, proos K, Sara G, Swain MV. Strength, reliability and mode of fracture of bilayered porcelain/core ceramics. *Int J Prosthodont* 2004; 17: 142-9.
214. Thompson GA. Influence of relative layer height and testing method on the failure mode and origin in a bilayered dental ceramic composite. *Dent Mater* 2000; 16: 235-43.
215. Zeng K, Odén A, Rowcliffe D. Evaluation of mechanical properties of dental ceramic core materials in combination with porcelains. *Int J Prosthodont* 1998; 11: 183-9.
216. Hsueh CH, Thompson GA. Appraisal of formulas for stresses in bilayered dental ceramics subjected to biaxial moment loading. *J Dent* 2007; 35: 600-6.
217. ISO 6486-1, Ceramic ware, glass-ceramic ware and glass dinnerware in contact with food. Release of lead and cadmium. Part 1: Test method.
218. ISO 6872, Materiales de cerámicos. 2008.
219. ISO 7405, Dentistry. Evaluation of biocompatibility of medical devices used in dentistry.
220. ISO 10993-1, Biological evaluation of medical devices. Part 1: Guidance on selection of test.
221. Griggs JA, Alaqeel SM, Zhang Y, Miller AW, Cai Z. Effects of stress rate and calculation method on subcritical crack growth parameters deduced from constant stress-rate flexural testing. *Dent Mater* 2011; 27: 364-70.
222. ISO 15732, Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics). Test method for fracture toughness of monolithic ceramics at room temperature by single edge precracked beam (SEPB) method.
223. ISO 18756, Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics). Determination of fracture toughness of monolithic ceramics at room temperature by the surface crack in flexure (SCF) method.
224. ISO 24370, Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics). Test method for fracture toughness of monolithic ceramics at room temperature by chevron-notched beam (CNB) method.



225. ASTM C1421-01b, Standard Test Methods for Determination of Fracture Toughness of Advanced Ceramics at Ambient Temperature.
226. ISO 540: 1995. Solid mineral fuels-Determination of fusibility of ash-High-Temperature tube method.
227. Pascual MJ, Pascual L, Duran A. Determination of the viscosity-temperature curve for glasses on the basis of fixed viscosity points determined by hot stage microscopy. *Phys Chem Glasses* 2001; 41: 61-6.
228. Stefanow S. Keramische glasuren. *Satand des Wissens in Osteuropa. Sprechaal* 1979; 112: 620-25.
229. Boccaccini AR, Trusty PA. In situ characterization of the shrinkage behavior of ceramic powder compacts during sintering by using heating microscopy. *Materials Characterization* 1998; 41:109-121.
230. Lara C, Pascual MJ, Prado MO, Duran A. Sintering of glasses in the system RO-Al₂O₃-BaO-SiO₂ (R=Ca, Mg, Zn) studied by hot-estabe microscopy. *Solid State Ionics* 2004; 170: 201-208.
231. Magrini F, Ferrari R, Brunetti P. Papel de la viscosidad y de la tensión superficial en el proceso de cocción de las cubiertas y de los esmaltes cerámicos. *Cerámica Información* 1981; 80: 588-94.
232. Fischer H, Marx R. Fracture toughness of dental ceramics: comparison of bending and indentation method. *Dent Mater* 2002; 18: 12-19.
233. Choi SR, Salem JA. Cyclic fatigue of brittle materials with an indentation-induced flaw system. *Mater Sci Engineering* 1996; A208: 126-30.
234. From PS, Pyrz R, Clausen B, Nielsen E. Indentation and acoustic emission in filtration processed platelet reinforced ceramics. *Mater Sci Engineering* 1995; A197: 231-236.
235. Wuttiphan S, Lawn BR, Padture NP. Crack suppression in strongly-bonded homogeneous laminates: a study on glass / glass-ceramic bilayers. *J Am Ceram Soc* 1996; 79: 634-40.
236. Giannakopoulos AE, Larsson PL. Analysis of pyramid indentation of pressure-sensitive hard metals and ceramics. *Mech of Mater* 1997; 25: 1-35.
237. Larsson PL, Giannakopoulos AE. Tensile stresses and their implication to cracking at pyramid indentation of pressure-sensitive hard metals and ceramics. *Mater Sci Engineering* 1998; A254: 268-81.



238. Dal Maschio R, Nobile L. A simplified approach for ceramic fracture toughness evaluation by indentation. *Engineering Frac Mech* 1995; 51: 209-15.
239. Briscoe BJ, Özkan N. Characterization of ceramic pastes by an indentation hardness test. *J Eur Ceram Soc* 1997; 17: 1675-83.
240. Jung YG, Peterson IM, Kim DK, Lawn BR. Lifetime-limiting strength degradation from contact fatigue in dental ceramics. *J Dent Res* 2000; 79: 722-31.
241. Shijo Y, Shinya A, Gomi H, Lassila L, Vallittu P. Studies on mechanical strength, thermal expansion of layering porcelains to alumina and zirconia ceramic core materials. *Dent Mater* 2009; 28:352-61.
242. Fargas G, Casellas D, Llanes L, Anglada M. Thermal shock resistance of yttria-stabilized zirconia with Palmqvist indentation cracks. *J Eur Ceram Soc* 2003; 23: 107-14.
243. BagbyM, Marshall SJ, Marshall GW. Metal ceramic compatibility: a review of the literature. *J Prosthet Dent* 1990; 63: 21-5.
244. Kin J-W, Bhowmick S, Hermann I, Lawn BR. Transverse fracture of brittle bilayers: relevance to failure of all-ceramic dental crowns. *J Biomed Mater Res* 2006; 79B: 58-65.
245. Pettersson P, Johnsson M, Shen Z. Parameters for measuring the thermal shock of ceramic materials with an indentation-quench method. *J Eur Ceram Soc* 2002; 22: 1883-9.
246. Gómez-Vega JM, Saiz E, Tomsia AP. Glass-based coatings for titanium implant alloys. *Mater Sci Div* 1999; 30: 549-59.
247. Quinn JB, Sundar V, Parry EE, Quinn GD. Comparison of edge chipping resistance of PFM and veneered zirconia specimens. *Dent Mater* 2010; 26: 13-20.
248. Gonzaga CC, Cesar PF, Okada CY. Mechanical Properties and Porosity of Dental glass-Ceramics Hot-Pressed at Different Temperatures. *Materials Research* 2008; 11: 301-306.
249. De Pablos A, Duran A, Nieto MI. Puesta a punto de un horno de fibrado de laboratorio para la obtención de fibra de vidrio. *Bol.Soc. Esp. Cerám. Vidrio* 1997; 36: 511-515.
250. Valderhaug J. A 15-year clinical evaluation of fixed prosthodontics. *Acta Odontol Scand* 1991; 49: 3540.



251. MC Lean, J.W. A higher strength of porcelain for crown and bridge work. *Brit. Dent. J.* 1965; 119: 268- 72.
252. Aboushelib M, De Jager N, Pallav P, Feilzer AJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. *Dent Mater* 2005; 21: 984–91.
253. Steyern PV, Carlson P, Nilner K. All-ceramic fixed partial dentures designed according to the DC-Zircon technique. A 2-year clinical study. *J Oral Rehabil* 2005; 32: 180-7.
254. Fischer J, Stawarczyk B, Trottmann A, Hämmerle CH. Impact of thermal misfit on shear strength of veneering ceramic/zirconia composites. *Dent Mater* 2009; 25: 419-23.
255. Fischer J, Stawarczyk B, Tomic M, Strub JR, Hämmerle CH. Effect of thermal misfit between different veneering ceramics and zirconia frameworks on in vitro fracture load of single crowns. *Den Mater J* 2007; 26: 766-72.
256. Fischer J, Stawarczyk B, Trottmann A, Hämmerle CH. Impact of thermal properties of veneering ceramics on the fracture load of layered Ce-TZP/A nanocomposite frameworks. *Den Mater* 2009; 25: 326-30.
257. Fischer J, Stawarczyk B, Sailer I, Hämmerle CH. Shear bond strength veneering ceramics and ceria-stabilized zirconia/alumina. *J Prosthet Dent* 2010; 103: 267-74.
258. Al-Shehri SA, Mohammed H, Wilson CA. Influence of lamination on the flexure strength of dental castable ceramic. *J Prosthet Dent* 1996; 76: 23-8.
259. Isgro G, Pallav P, van der Zel JM, Feilzer AJ. The influence of the veneering porcelain and different surface treatments on the biaxial flexure strength of a heat-pressed ceramic. *J Prosthet Dent* 2003; 90: 465-73.
260. Beuer F, Schweiger J, Eichberger M, Kappert HF, Edelhoff D. High-strength CAD/CAM-fabricated veneering material sintered to zirconia copings- a new fabrication mode for all-ceramic restorations. *Dent Mater* 2009; 25: 121-8.
261. Salameh Z, Ounsi HF, Aboushelib MN, Sadig W, Ferrari M. Fracture resistance and failure patterns of endodontically treated mandibular molars with and without glass fiber post in combination with a zirconia-ceramic crown. *J Dent* 2008; 36: 513-9.
262. Ozkurt Z, Iseri U, Kazazoglu E. Zirconia ceramic post systems: a literatura review and a case report. *Den Mater* 2010; 29: 233-45.



263. Stevenson B, Ibbetson R. The effect of the substructure on the colour of samples/restorations veneered with ceramic: a literature review. *J Dent* 2010; 38: 361-8.
264. Aboushelib MN, Feilzer AJ, Kleverlaan CJ. Bridging the gap between clinical failure and laboratory fracture strength tests using a fractographic approach. *Dent Mater* 2009; 25: 383-91.
265. Hsueh CH, Luttrell CR, Becher PF. Analyses of multilayered dental ceramics subjected to biaxial flexure tests. *Dent Mater* 2006; 22: 460-9.
266. Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations: Part II: Zirconia veneering ceramics. *Dent Mater* 2006; 22: 857-63.
267. Taskonak B, Anusavice KJ, Mecholsky JJ. Role of investment interaction layer on strength and toughness of ceramic laminates. *Dent Mater* 2004; 20: 701-8.
268. DeHoff PH, Barnett AA, Lee RB, Anusavice KJ. Thermal compatibility of dental ceramic systems using cylindrical and spherical geometries. *Dent Mater* 2008; 24: 744-52.
269. Jouenne CA. *Traite de ceramiques et materiaux mineraux. Mesure de la tension superficielle des slicates*. Paris: Editions Septima; 1975.
270. Fernández Navarro JM. *El vidrio, viscosidad; tensión superficial*. España: CSIC, Fundación Centro Nacional del Vidrio; 1991.
271. Lawn BR, Deng Y, Thompson VP. Use of contact testing in the characterization and design of all-ceramic crownlike layer structures: A review. *J Prosthet Dent* 2001; 86: 495-510.
272. Anunmana C, Anusavice KJ, Mecholsky JJ. Interfacial toughness of bilayer dental ceramics base don a short-bar, chevron-notch test. *Dent Mater* 2010; 26: 111-17.
273. Bona AD, Anusavice KJ, DeHoff PH. Weibull analysis and flexural strength of hot-pressed core and veneered ceramic structures. *Dent Mater* 2003; 19: 662-69.
274. Conrad HJ. Current ceramic materials and systems with clinical recomendatins: A systematic review. *J Prosthet Dent* 2007; 98: 389-404.
275. Benetti P, Della Bona A, Kelly JR. Evaluation of thermal compatibility between core and veneer dental ceramics using shear bond strength test and contact angle measurement. *Dent Mater* 2010; 26: 743-50.



276. DeHoff PH, Anusavice KJ, Götzen N. Viscoelastic finite element analysis of an all-ceramic fixed partial denture. *J Biomater* 2005; 39: 40-8.
277. Guess PC, Kulis A, Witkowski S, Wolkewitz M, Zhang Y, Strub JR. Shear bond strengths between different zirconia cores and veneering ceramics and their susceptibility to thermocycling. *Dent Mater* 2008; 1556-67.
278. Dündar M, Özcan M, Gökce B, Cömlekoglu E, Leite F, Valandro LF. Comparison of two bond strength testing methodologies for bilayered all-ceramis. *Dent Mater* 2007; 23: 630-36.
279. Chu F, Chow W, Chai J. Contrast ratios and masking ability of three types of ceramic veneers. *J Prosthet Dent* 2007; 98: 359-64.
280. Tholey MJ, Swain MV, Thiel N. SEM observations of porcelain Y-TZP interface. *Dental Materials* 2009; 25: 857-62.
281. Coelho PG, Silva NR, Bonfante EA, Guess PC, Rekow ED, Thompson VP. Fatigue testing of two porcelain-zirconia all-ceramic crown systems. *Dent Mater* 2009; 25: 1122-27.
282. Fleming JP, Sherin FA, El-Lakwah, Harris JJ, Marquis PM. The effect of core dentin thickness ratio on the bi-axial flexure strength and fracture mode and origin of bilayered dental ceramic composites. *Dental Materials* 2005; 21: 164-71.
283. Chevalier J, Cales B, Drouin JM. Low temperature aging of Y-TZP ceramics. *J Am Ceram* 1999; 82: 2150-4.
284. Aboushelib MN, Jager N, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. *Dent Mater* 2005; 21: 984-91.
285. Ashkanani HM, Raigrosdki AJ, Flinn BD, Heindl H, Mancini LA. Flexural and shear strengths of ZrO₂ and a high-noble alloy bonded to their corresponding porcelains. *J Prosthet Dent* 2008; 24: 744-52.
286. Chevalier J, Deville S, Münch E, Jullian R, Lair F. "Critical effect of cubic phase on aging in 3 mol% yttria-stabilized zirconia ceramics for hip replacement prosthesis" *Biomater* 2004; 25: 5539-45.
287. Deville S, Chevalier J, Fantozzi G, Bartolomé JR, Requena J, Moya JS, Torrecillas R, Díaz LA. "Low-temperature ageing of zirconia-toughened alumina ceramics and its implication in biomedical implants". *J Eur Ceram Soc* 2003; 23: 2975-82.