

COMPARACIÓN DE LA RESISTENCIA A LA FLEXIÓN ENTRE UNA MATRIZ DE ALUMINA NANOMÉTRICA REFORZADA CON UN MATERIAL AMORFO TIPO $La_2O_3.Al_2O_3.3SiO_2$: CON UN PRODUCTO DENTAL DE OXIDO DE ALUMINIO INFILTRADO.

Flexion resistance comparison between a nanometric alumine matrix reinforced with a glass in the system $la_2o_3.al_2o_3.3sio_2$ with acomercial dental product.

RESUMEN

Los sistemas cerámicos han revolucionado los procedimientos de restauración dental debido a su gran estabilidad química, alta resistencia a la flexión y excelente estética. En este trabajo, se compara la resistencia a la flexión de un biomaterial compuesto obtenido mediante la infiltración de un vidrio del sistema ($La_2O_3.Al_2O_3.3SiO_2$), en una matriz de alumina nanométrica, con un material dental comercial del tipo cerámico.

La resistencia se evaluó mediante el método ball-ring y el tipo de fractura obtenida fue analizado por SEM. Las diferencias encontradas pueden explicarse por factores como el grado de infiltración de las probetas y la porosidad remanente

PALABRAS CLAVES: alumina nanométrica, material compuesto material, dental infiltrado, método ball-ring, proceso de infiltración, resistencia a la flexión.

ABSTRACT

Especially for restoration dental systems, the characteristics that make infiltrated ceramics so attractive are their great chemical stability, their high strength, and their excellent aesthetic qualities This investigation compares the flexural strenght of a biomaterial composite made by melt infiltration with $La_2O_3.Al_2O_3.3SiO_2$ system glass in nanometric alumina, a ceramic dental comercial material.

The flexural strenght was evaluaded by ball-ring method and the fracture was analized using SEM. The results show that the nanometric infiltrated matrix has 46% less strength than comercial matrix; the level of infiltration and porosity in the samples are the causes of this diference.

KEYWORDS: ball-ring method, composite, dental infiltrated materials, flexural strength, nanometric alumina.

1. INTRODUCCIÓN

Buscando mejorar la calidad de las restauraciones dentales cerámicas, específicamente en aspectos como la resistencia y la compatibilidad con el ambiente oral, se han sintetizado biomateriales que hacen uso de novedosas composiciones químicas [1-5] mediante procedimientos de reforzamiento que permiten incrementar las propiedades mecánicas del material compuesto. Es así como para el año de 1990 el uso clínico de la cerámica dental fue de 35 millones de coronas, de las cuales el 71% contenía cerámica en forma parcial o total [6].

Aún en nuestros días, la sustitución de sistemas metal cerámicos por sistemas cerámicos sigue en incremento impulsada por las grandes ventajas estéticas que estos proporcionan y lo cual ha concentrado los esfuerzos de investigadores al mejoramiento de la resistencia de los materiales cerámicos que se emplean en restauración dental.

El propósito de este estudio fue evaluar y comparar la resistencia a la flexión del material dental comercial (InCeram) con el biomaterial dental propuesto, con el fin de identificar diferencias provocadas en cada sistema por

PAOLA A. VILLEGAS B.

Ingeniera Química, M. Sc.
Universidad Nacional de Colombia,
sede Medellín.
pavilleg@unalmed.edu.co

CARLOS G. PAUCAR A.

Ingeniero Geólogo, Ph.D.
Profesor Asociado.
Universidad Nacional de Colombia,
sede Medellín.
cgpaucar@unalmed.edu.co

CLAUDIA P. GARCIA G.

Ingeniera Geóloga, Ph.D.
Profesor Asociado.
Universidad Nacional de Colombia,
sede Medellín.
cpgarcia@unalmed.edu.co

RAMIRO RESTREPO R.

Especialista en Cerámica
Profesor .
Universidad Nacional de Colombia,
sede Medellín.
cpgarcia@unalmed.edu.co

Fecha de Recepción: 14 Mayo de 2007

Fecha de Aceptación: 31 julio de 2007

el tamaño de las partículas de alúmina empleadas en la matriz a reforzar.

El proceso de infiltración empleado para reforzar la matriz de alúmina fue llevado a cabo a 1200°C durante 3 horas. La matriz de alúmina fue conformada mediante prensado uniaxial y posteriormente pre-sinterizada. Las probetas obtenidas pertenecientes tanto al biomaterial diseñado como al material comercial (InCeram) fueron analizadas mediante el método ball-ring [7], metodología recomendada para evaluar la resistencia a la flexión de materiales dentales cerámicos [8].

La elaboración de materiales dentales con alta resistencia a la fractura y alta resistencia a la compresión son el objetivo sobre el que se ha orientado la investigación debido a que los materiales cerámicos son rígidos pero frágiles; específicamente, el diseño de dentaduras parciales fijas debe garantizar 400 N de fuerza en la región anterior y 800 N en la parte posterior de los dientes [8-10]. Entre las pruebas que permiten medir la calidad de los materiales cerámicos, están las pruebas de resistencia a la flexión y a la fractura. Las pruebas de flexión de tres y cuatro puntos son comúnmente usadas porque no requieren dispositivos especiales de retención; sin embargo estas pruebas presentan una gran desventaja al ser muy sensibles a fallar en sus extremos debido a que la flexión que se ejerce es dirigida a una pequeña parte del volumen de la probeta, lo cual hace que el comportamiento de los microdefectos no sean comparables con el comportamiento del material en servicio clínico [11]. En contraste con lo anterior, el método de flexión biaxial es útil puesto que los extremos de las probetas (origen frecuente de falla) no están sometidos a mayores esfuerzos y se ejerce un mayor soporte para estas, siendo más aceptadas como modelos de prueba más cercanos a la realidad clínica [12].

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

La alúmina nanométrica sintetizada (7,5 - 200 nm) y comercial (5,0 µm) (VITA In-Ceram Classic ALUMINA BLANKS) se conformó en probetas cilíndricas de 120 mm de diámetro y 2,00 mm de espesor mediante prensado uniaxial a 44 MPa durante 30 segundos. Para ello se empleó 80% p/p de alúmina, 16% de alcohol polivinílico (7% p/p) como aglomerante y un 4% de tensoactivo. Conformadas las probetas, fueron sinterizadas a 1200°C por 2 horas. Después de este proceso las matrices de alúmina sintetizada y comercial se reforzaron mediante la infiltración (1200°C, 3 horas) con el vidrio sintetizado [15] (relación molar 1:1:3, La₂O₃-SiO₂-Al₂O₃) y el vidrio comercial (VITA In-Ceram Classic ALUMINA Glass powder), respectivamente.

La resistencia a la flexión biaxial de la matriz de alúmina, el material compuesto y el material comercial se determinó en una máquina universal Test Resource 656C, utilizando un soporte de 9,68 mm de diámetro y una velocidad de desplazamiento del indentedor de 0,1 mm.min⁻¹.

La relación utilizada para la determinación de la resistencia a la flexión [13] se presenta en la ecuación (1)

$$\sigma_{\max} = P/h^2 \{ (1+\nu) [0,485x \ln(a/h) + 0,52] + 0,48 \} \quad (1)$$

Donde:

P: Carga máxima que soporta el material, N.

h: Altura o espesor de la muestra (cilindro), mm.

a: Radio del soporte donde se falla la muestra, mm.

ν: Constante de Poisson para la porcelana, en este caso 0,25.

Se analizaron tres grupos de muestras infiltradas como lo indica la Tabla 1, el tercer grupo suministró la información de referencia la cual se empleó para compararlo con el material propuesto.

| Grupo | Descripción | Densidad Al ₂ O ₃ Polvo g/cm ³ |
|-------|----------------------------------|--|
| 1 | Materiales propuestos | 3,78±0,68 |
| 2 | Materiales propuestos | 3,61±0,50 |
| 3 | Material comercial (In-Ceram) | 3,94±0,61 |

Tabla 1. Características del conjunto de muestras analizadas.

El análisis microquímico (semicuantitativo) de las matrices infiltradas fue realizado mediante la microsonda EDS acoplada al microscopio electrónico de barrido, SEM, JEOL JSM 5910LV, técnica que además permitió la determinación del tipo de grieta que ocasiona la fractura de las piezas.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

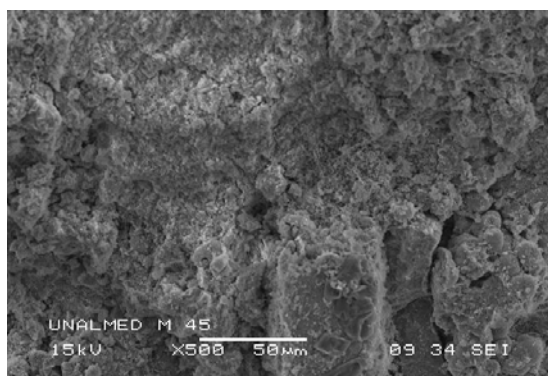
El fenómeno de reforzamiento comprobado en investigaciones anteriores [14], fue relacionado con la porosidad encontrada en las matrices sin infiltrar; la tabla 2 presenta el valor de estas porosidades y la resistencia a la flexión de las muestras antes y después del reforzamiento. Según esta información, el grupo 2 parte de una matriz sin infiltrar con mayor resistencia que la del grupo 1 y se presenta una gran diferencia en la porosidad de las matrices obtenidas con el material

comercial (grupo 3) y las matrices conformadas con la alúmina sintetizada (grupo 1 y 2), esto debe ser un efecto de las diferencias en la distribución de partículas de alúmina, que caracterizan a cada uno de los grupos analizados.

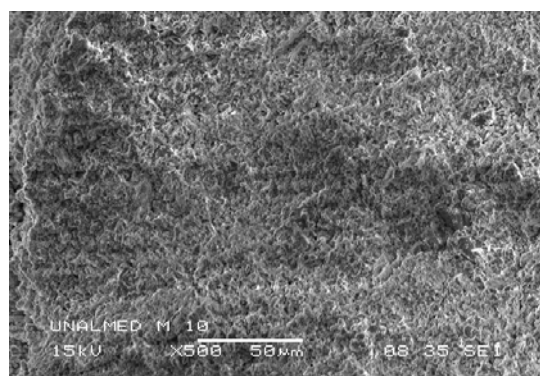
| Grupo | Porosidad % | Resistencia a la flexión (MPa) | |
|-------|-------------|--------------------------------|--------------|
| | | Antes | Después |
| 1 | 50,23± 0,76 | 7,26±0,13 | 74,86±9,27 |
| 2 | 52,07±1,50 | 14,81±0,51 | 132,80±20,61 |
| 3 | 29,22±0,97 | 17,60±2,54 | 289,53±48,31 |

Tabla 2. Resistencia a la flexión de las matrices antes y después de la infiltración.

La diferencia encontrada en la resistencia a la flexión de las matrices de alúmina nanométrica y la comercial se pueden relacionar con la porosidad en cada una de ellas; esta se puede apreciar en las microfotografías de la figura 1, donde se presenta una matriz con una porosidad significativamente mayor en la matriz conformada con alúmina nanométrica (Fig 1a) que con la conformada con el material comercial, la cual fue compacta y poco porosa (Fig. 1b) como se enuncia en la tabla 2.



a) Alúmina nanométrica grupo 2.

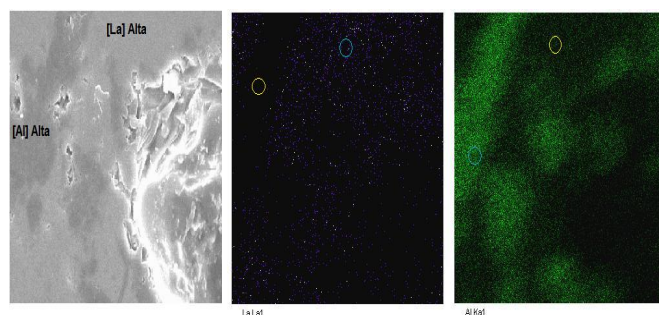


b) Alúmina micrométrica grupo 3.

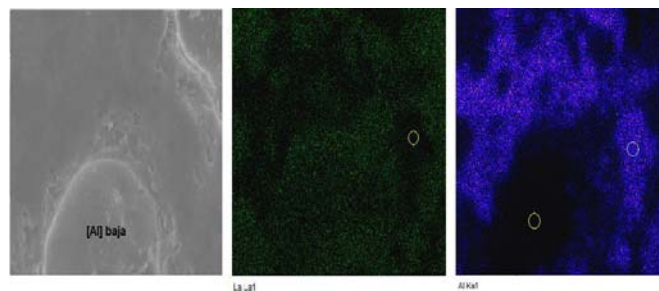
Figura 1. Porosidad en las matrices de Al₂O₃.

Según lo anterior se puede afirmar que la gran área superficial de la partículas nanométricas incrementa los fenómenos de cohesión produciendo una alta aglomeración que afecta la distribución y empaquetamiento de las partículas en los procesos de conformado y sinterizado y por ende la infiltración de la matriz.

Al realizar el análisis microquímico de las probetas infiltradas a través del seguimiento de los elementos lantano y aluminio se logró determinar el grado de dispersión del vidrio en las matrices de alúmina. En las imágenes capturadas (Fig. 2) se observa claramente, que la infiltración fue mas eficaz en las probetas del grupo 2 (Fig. 2b) que en las que pertenecen al grupo 1 (Fig. 2 a), ya que esta última presenta sobre el mapeo del lantano más zonas negras, lo que indica la ausencia del elemento de interés e implica que existirá un efecto negativo sobre la resistencia del material compuesto, esto concuerda con el valor hallado para la resistencia a la flexión reportado en la tabla 2.



a) Mala infiltración de la matriz de alúmina (Grupo 1).



b) Buena infiltración de la matriz de alúmina (Grupo 2).

○: Concentración alta. ○: Concentración baja.

Figura 2. Mapeo composicional de las probetas infiltradas

Es importante notar que el valor de la resistencia a la flexión en las matrices de alúmina nanométrica para los grupos 1 y 2 coincide y supera, respectivamente, el intervalo de valores (6 - 10 MPa) para la resistencia a la flexión en probetas fabricadas con la alúmina de *In Ceram*, reportado por Van-Noort, R [15].

El cambio de la resistencia a la flexión en las probetas después de la infiltración puede ser analizado a partir de la tabla 2, en la cual todos los grupos muestran un grado

de mejoramiento de la resistencia a la flexión; en el caso de los grupos 1 y 2, las matrices sin infiltrar incrementan 10,3 y 8,97 veces el valor de la resistencia a la flexión, respectivamente; mientras que la matriz de alúmina comercial incrementa su resistencia con el proceso de infiltración 16,4 veces. Las densidades de las muestras infiltradas para los grupos 1, 2 y 3, fue de $3,52 \pm 0,02$, $3,45 \pm 0,02$ y $3,82 \pm 0,01$ g/cm³, respectivamente.

Es importante notar que la resistencia de la matriz infiltrada comercial (In Ceram) bajo las condiciones de procesamiento: conformado, sinterización e infiltración propuestas en esta investigación, presenta un valor de resistencia menor ($289,53 \pm 48,31$ MPa) al publicado por sus fabricantes en la literatura (600 MPa) [6, 10, 11]; esto se explica teniendo en cuenta que la casa comercial sólo garantiza las propiedades mecánicas de su producto, si y solo si, éste se fabrica según sus indicaciones [10].

Otras investigaciones en las que presentan comparaciones en las propiedades mecánicas de distintos materiales cerámicos de uso dental comercial, plantean la fabricación de probetas con las indicaciones del fabricante, pero los valores experimentales para la resistencia a la flexión caen en un intervalo amplio (236 – 600 MPa) [8,16-18].

Con el fin de comprobar la existencia de diferencias significativas en la resistencia a la flexión de las muestras en estudio, se realizó un análisis de “diferencias mínimas significativas de Fisher, LDS” [19] entre los grupos 1, 2 y 3. La figura 3 permite diferenciar tres grupos distintos, lo cual puede ser consecuencia del grado de infiltración del vidrio que se relaciona directamente con la distribución de poros interconectados en la matriz sin infiltrar y la resistencia de las matrices de alúmina antes del proceso de reforzamiento.

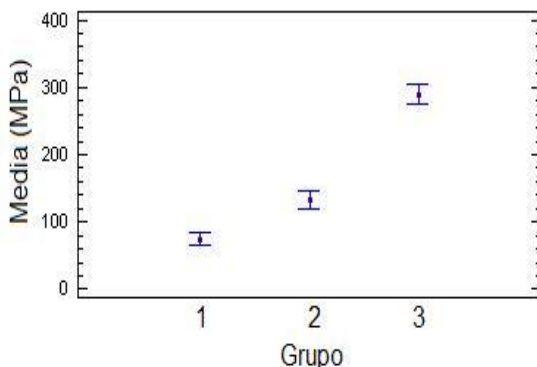


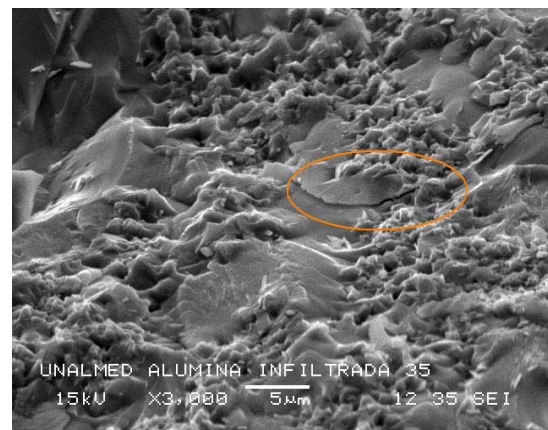
Figura 3. Diferencias mínimas significativas al 95% de confianza para la resistencia a la flexión del material compuesto.

La existencia de diferencias significativas entre los grupos de muestras infiltradas concuerda con lo

observado a través del análisis químico desarrollado sobre estas probetas. Se puede afirmar entonces, que uno de los factores que afecta y diferencia los grupos analizados radica en la distribución del vidrio de lantano en la matriz de alúmina. Rizkalla y Alpholt, *et al.* [11, 18] mencionan en sus investigaciones, cómo los altos valores en la resistencia a la flexión de un material infiltrado dependen directamente de la facilidad con que el vidrio moje las paredes de los poros de la matriz de alúmina y por tanto, de que realmente se obtenga después de la sinterización de la matriz, una microestructura de poros abiertos capaz de recibir el vidrio en la infiltración.

Para conocer un poco más sobre el mecanismo de fractura que caracteriza al material se analizó por SEM la grieta generada en las probetas al ser sometidas al ensayo de flexión biaxial. En la microfotografía (Fig. 4) se observa como la grieta se difunde por el sector donde el vidrio se ha infiltrado, sección en el que la energía de propagación se ve disminuida debido a las fuerzas de compresión provocadas durante el enfriamiento de la matriz infiltrada, esto se evidencia con la deflexión de la grieta que pierde su energía totalmente, cuando encuentra la barrera en donde hay una alta concentración de alúmina.

Las matrices infiltradas con el material In-Ceram presentaron una grieta puenteadas, es decir un patrón diferente al encontrado para el material propuesto infiltrado, esto se puede observar en la figura 5.



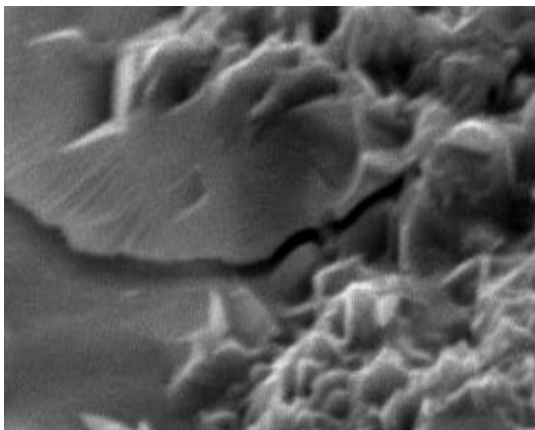


Figura 4. Deflexión de la grieta sobre la matriz infiltrada (grupo 2).

No se detectaron patrones de grietas transgranulares e intergranulares como los observados por Guazzato *et al.* [16], en las probetas fabricadas con el material In-Ceram alúmina.

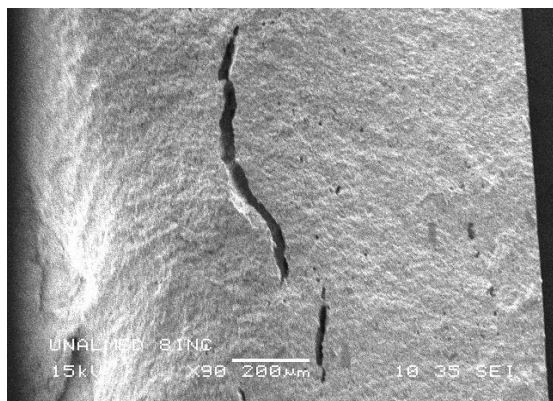


Figura 5. Grieta puenteada sobre la matriz infiltrada comercial.

En contraposición a lo que afirma Lee, D. [20], sobre la utilización de alúmina con distribuciones de tamaño de partícula bimodales para favorecer los procesos de infiltración, se observa que en este estudio, el uso de distribuciones monomodales y de tamaño nanométrico, puede ser también adecuado. Además es muy importante tener en cuenta la temperatura y el tiempo del proceso de pre-sinterización para una conveniente distribución de poros en la probeta y por ende un satisfactorio proceso de infiltración.

Según las propiedades mecánicas evaluadas, el material compuesto obtenido mediante la infiltración de un vidrio en el sistema $\text{La}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ sobre una matriz de alúmina nanométrica, puede ser empleado en la fabricación de piezas dentales para reposición de dientes anteriores.

3. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Una distribución homogénea del vidrio en la matriz de alúmina permite obtener probetas con alta resistencia a la flexión; siendo 9,6 veces mayor respecto a la resistencia encontrada para las matrices sin infiltrar (11 MPa). Aspectos como la porosidad remanente y un infiltrado heterogéneo en las probetas infiltradas se deben evitar para garantizar un reforzamiento satisfactorio.

El material infiltrado propuesto en esta investigación presenta un reforzamiento de la matriz 45,6% menor que el correspondiente material comercial, lo cual se explica por la presencia de porosidad remanente en los materiales infiltrados generada a su vez por la alta porosidad de las matrices sin infiltrar de alúmina nanométrica (51,2%), comparada con las matrices sin infiltrar comerciales (29,2%). Esto reduce la probabilidad de falla en el material comercial.

La distribución heterogénea del vidrio en la matriz infiltrada sugiere establecer un control de la porosidad de las matrices de alúmina a infiltrar, con el objetivo de utilizar esta información para predecir el grado de reforzamiento de una matriz mediante procesos de infiltración. Otro aspecto importante que afecta los mecanismos de reforzamiento en procesos de infiltración es el fenómeno de sinterización de nanopartículas, el cual es crucial en la conformación de las matrices de alúmina, afectando directamente el grado de empaquetamiento de las partículas y en consecuencia, la distribución de poros en la matriz pre-sinterizada.

Con estas características, el material conformado obtenido en este trabajo puede ser utilizado para la fabricación de piezas en dientes anteriores en donde la carga masticatoria no supera los 400 N, para lo cual se requiere un material de restauración con una resistencia a la flexión máxima de 160 Mpa.

4. BIBLIOGRAFÍA

- [1] Sheng Xiang-Jun, H.X., Jin, Zhi-Hao Wang, Yong-Lan, "Preparation of glass-infiltrated 3Y-TZP/ Al_2O_3 /glass composites". *Materials Letters*, vol. **58**(11). pp. 1750-1753, 2004.
- [2] Abdel-Hameed, E.A.M.E.-M.a.S.A.M., "Enstatite-celsian glass ceramics". *Materials Characterization*, vol. **55**(1). pp. 28-34, 2005.
- [3] Emad, A.A.M., "Fluorophlogopite porcelain based on talc-feldspar mixture", *Ceramics International*, vol. **27**(1): pp. 9 -14, 2001.
- [4] Quinn, J.B., et al., "Fractographic analyses of three ceramic whole crown restoration failures". *Dental materials*, vol. **21**(10): pp. 920-929, 2005.
- [5] Y.W. Gu, B.Y.T. and C.S.L.a.M.S. Yong, "Biomimetic deposition of apatite coating on

- surface-modified NiTi alloy". *Biomaterials*, **26**(34): pp. 6916-6923, 2005.
- [6] Álvarez Fernández, M.Á., Peña López, José Miguel, González González, Ignacio Ramón, Olay García, María Sonsoles. "Características generales y propiedades de las cerámicas sin metal". *Revista del Ilustre Consejo General de Colegios de Odontólogos y Estomatólogos de España*, vol. **8**(5), pp. 525-546, 2003.
- [7] Munz, D.A., "Ball-on-ring Test", in *Ceramics Mechanical Properties, Failure. Behaviour, Materials Selection*, Ed. Berlin: Springer, 1999, p. 298.
- [8] Villegas Giraldo, A., Borja Santamaria, A., "Efecto del almacenamiento de la barbotina sobre la resistencia a la flexión del In-Ceram alúmina" in *Facultad de Odontología. Medellín: Instituto de Ciencias de la Salud*, 2005, p. 38.
- [9] Anusavice, K., "Cerámicas dentales", in *La ciencia de los materiales dentales de Phillips*, Ed. México: M.-G.-H. Interamericana, 1998, p. 609-645.
- [10] Guzmán Báez, J.H. "Biomateriales odontológicos de uso clínico" in *Cerámicas dentales*, Ed. Bogotá: 2003, p. 390-341.
- [11] Apholt, W., Bindl, A., Lüthy, H. Mörmann, W. "Flexural strength of Cerec 2 machined and jointed InCeram-Alumina and InCeram-Zirconia bars". *Dental materials*, vol. **17**, p.p. 260-267, 2001.
- [12] Peláez, A., García, C., Correa, J.C., Abad, P. "Reliability weibull análisis for structural evaluation of bioactive films obtained by sol-gel process. *Bioceramics*". vol **16**, p.p. 431 – 434, 2003.
- [13] Villegas Bolaños, P. "Obtención y caracterización de un biomaterial dental de alumino silicato de lantano infiltrado en una matriz de alúmina con tamaño nanométrico" en *Facultad de Ciencias, Medellín: Universidad Nacional de Colombia*, 2007, p. 91.
- [14] Villegas Bolaños, P.A., Paucar, Á., C. G., García, G., C. P., Restrepo, R., R. "Síntesis de α -Al₂O₃ nanométrica para la obtención de un material dental infiltrado con un vidrio de aluminosilicato de lantano" en *6° Congreso Binacional de Metalurgia y materiales*. 2006: Santiago de Chile.
- [15] Van-Noort, R., "Dental Ceramics", in *Introduction to dental materials*. Ed. Netherland: 2002, p. 231-246.
- [16] Guazzato, M., et al. "Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part I. Pressable and alumina glass-infiltrated ceramics". *Dental materials*, vol. **20**, p.p. 441-448, 2004.
- [17] Wagner, W.C.a.C., T.M. "Biaxial flexural strength and indentation fracture toughness of three new dental core ceramics". *The journal of prosthetic dentistry*, vol. **76**(2), p.p. 140-144, 1996.
- [18] Rizkalla, A.S.a.J., D.W. "Mechanical properties of comercial high strength ceramics core materials". *Dental materials*, vol. **20**, p.p. 207-212, 2004.
- [19] Corp., S.G., STATGRAPHICS 5.1 for Windows. . 1994.
- [20] Lee, D.Y., Kim, Dae-Joon Kim, Bae-Yeon Song, Yo-Seung, "Effect of alumina particle size and distribution on infiltration rate and fracture toughness of alumina-glass composites prepared by melt infiltration". *Materials Science and Engineering A.*, vol. **341**(1-2), p. p. 98-105, 2003.