

2º TEMA

3.- PRÓTESIS DE ALTA BIOCOMPATIBILIDAD.

Estudio comparativo de la unión Titanio-Cerámica entre titanio colado y titanio mecanizado.

3.1.- INTRODUCCIÓN:

El Titanio comercialmente puro es, por sus propiedades biológicas, el metal ideal con el que construir las estructuras metálicas en prótesis, y especialmente sobre implantes debido a las grandes ventajas respecto los demás metales; Alta biocompatibilidad (Wang y Li, 1998)³⁶, (es el metal que con mayor seguridad se puede introducir dentro de los tejidos), es económico y ligero (tiene un peso específico de 4.51g/cc.). (Walter y Boning, 1991)³⁷

Su relativa radiopacidad permite controlar, dentro de la boca, qué ocurre debajo de la corona protésica, ya sea en el tornillo de fijación, en el diente o en el pilar protésico.

Quizás el punto más destacable es la ausencia de fenómenos galvánicos cuando se realizan prótesis de titanio sobre los implantes. La corrosión y el bimetalismo que producen liberación de iones a la saliva es un fenómeno altamente estudiado que se produce al entrar en contacto dos metales de distinta naturaleza en un medio conductor como es la saliva (Wataha y Malcom, 1996)³⁸ (Venugopalan y Lucas, 1998)³⁹, que puede tener efectos citotóxicos a largo plazo (Wataha y cols., 1999)⁴⁰, y que prácticamente desaparece al separarlos. (Padullés y Gil, 1997)⁴¹

3.1.1.- Corrosión y titanio:

Electroquímicamente, corrosión es la pérdida de electrones por parte de los átomos metálicos.

Corrosión es una pérdida en masa, es la oxidación profunda en la que se produce absorción de oxígeno dentro de la estructura de un cuerpo y se altera la estabilidad y la duración de cualquier estructura metálica.

El titanio es muy reactivo, especialmente en caliente, con el O₂, N y C.

A bajas temperaturas, en contacto con el oxígeno o agua, en un milisegundo se forma una capa de óxido por adsorción (oxidación superficial) pasiva y estable de TiO, TiO₂ o TiO₃, de aproximadamente 100 Å de grosor.

A bajas temperaturas el titanio es inmune al ataque corrosivo del agua salada o atmósferas marinas. También es excepcionalmente resistente al ataque por:

- Ácidos.
- Bases.
- Halogenados.
- Aguas naturales.
- Gases corrosivos.

- Atmósferas reductoras.
- Pasivación con inhibidores.
- Medios orgánicos.

Sí que lo atacan el ácido sulfúrico al 0.5 % de concentración, a 40° C y el ácido clorhídrico a una concentración del 3.5 % pero a 400° C, transformando, por ejemplo, una superficie lisa de titanio en una superficie rugosa, lo cual esta revolucionando los tratamientos de superficie de los implantes dentales.

Siendo indiscutible su alta resistencia a la corrosión, hay artículos que describen corrientes galvánicas alrededor de titanio, Ravnholt (1988)⁴² puso implantes junto con amalgama en un medio y observó corrientes de 31 microÅ / cm². el pH del ánodo (amalgama) disminuyó 2 puntos y en el cátodo (Titanio) aumentó hasta 10, aunque no se encontró la forma de los productos de corrosión.

3.1.2.- Grados de pureza y tipos de titanio aplicados en prostodóncia:

La evolución de los materiales y de su manipulación es constante y aceleradísima en nuestros días, no en vano, hasta hace pocos años era difícil pensar en realizar estructuras de prótesis fija o removible en titanio con garantías clínicas, y ahora, la posibilidad de sistemas que se nos ofrece es abrumadora, nosotros nos centraremos en analizar el Titanio colado y el titanio mecanizado para prótesis fija.

Para la confección de las estructuras protésicas con titanio mecanizado o colado se suele utilizar titanio comercialmente puro de grado 2 y grado 4, habitualmente las casas comerciales recomiendan la utilización de titanio grado 2 para prótesis fija y titanio grado 4 para prótesis removible ya que las diferentes proporciones de elementos intersticiales que contiene cada grado de pureza, modifican las propiedades del Titanio comercialmente puro. (Tabla 19)

A medida que disminuye el grado de pureza del titanio comercialmente puro (mayor presencia de elementos intersticiales), aumenta la rigidez y dureza del titanio, lo cual dificulta su mecanizado, también se vuelve menos fluido en estado líquido, lo cual dificulta su colado para la consecución de una reproducción perfecta de los detalles, además la mayor presencia de oxígeno puede influir negativamente en la calidad de la unión titanio-cerámica.

A partir de cierta concentración de elementos intersticiales, ya no se considera al titanio como puro (comercialmente puro) y se define como Aleación de Titanio.

Elementos intersticiales.

	Fe	O	N	C	H	Ti
Grado 1	0.20	0.18	0.03	0.10	.0125	99.47
Grado 2	0.30	0.25	0.03	0.10	.0125	99.30
Grado 3	0.30	0.35	0.05	0.10	.0125	99.18
Grado 4	0.50	0.40	0.05	0.10	.0125	98.93
Grado 5	Aleación de Titanio.					

Tabla 19: Composición de los distintos grados de Titanio (en %), según normas ASTM.

Analizaremos las propiedades del titanio grado 2 y el titanio grado 4:

(www.webelements.com)⁴³

- **Titanio Grado 2**

El titanio comercialmente puro grado 2 ofrece un excelente equilibrio de propiedades, resistencia moderada, ductilidad razonable y excelente soldadura. Altamente resistente a la corrosión en medios oxidantes y reductores, incluso los cloruros.

Propiedades Físicas:

	Mínimo	Típico
Densidad g/cm ³ (lb/cu.in)		4.51(0.162)
Temperatura de colado °C+/-15°C (°F)		1677(3051)
Calor específico J/g°C		0.54
Resistividad eléctrica μohm.cm (μohm.in)		56(22)
Conductividad térmica W/mK(Btu/ft h°F)	22(153)	
*Coeficiente de expansión térmica principal 0-100°C/°C		8.6 x 10 ⁻⁶
* Coeficiente de expansión térmica principal 0-300°C/°C		9.2 x 10 ⁻⁶
Transición a fase Beta °C+/-15°C(°F)		913 (1675)

Propiedades Mecánicas:

	Mínimo	Típico
Resistencia a la tensión MPa(ksi)	345 (50)	483 (70)
Resistencia al stress 0.2% Mpa(ksi) (Limite elástico)	276 (40)	352 (51)
Elongación en 2 pulgadas %	20	28
Reducción en Area %	35	
Modulo de elasticidad GPa(Msi)		103 (15)
Dureza en Vhn (Vickers)		190
Radio de flexión específico <0.070" x Grosor		2.0
Radio de flexión específico >0.070In x Grosor		2.5
Radio de flexión soldado x Grosor	3	
Charpy, V-Notch Impact J(ft Ibf)	41 (30)	114 (84)
Charpy, V-Notch Impact J(ft Ibf)		302 (223)
Arrastramiento 1.0% Strain (1.000h @ 250° C) Mpa (ksi)		103 (15)
Rotura al stress (1.000 h @ 250° C) Mpa		117

- **Titanio Grado 4:**

El titanio comercialmente puro grado 4 destaca por su alta fortaleza y buena soldadura, buena resistencia a la corrosión en medios neutrales a oxidantes, incluyendo los cloruros.

Propiedades Físicas.

	Mínimo	Típico
Densidad g/cm ³ (lb/cu.in)		4.51(0.162)
Temperatura de colada °C+/-15°C (°F)		1660(3020)
Calor específico J/g/°C		0.54
Resistividad eléctrica μohm.cm (μohm.in)		61(24)
Conductividad térmica W/mK(Btu/ft h°F)	22(153)	
*Coeficiente de expansión térmica principal 0-100°C/°C		8.6 x 10 ⁻⁶
*Coeficiente de expansión térmica 0-300°C/°C		9.2 x 10 ⁻⁶
Transición a fase Beta °C+/-15°C(°F)		949 (1740)

Propiedades Mecánicas:

	Mínimo	Típico
Resistencia a la tensión MPa(ksi)	552 (80)	683 (99)
Resistencia al stress 0.2% MPa(ksi) (Límite elástico)	483 (70)	559 (81)
Elongación en 2 pulgadas %	15	23
Reducción en Area %	30	
Modulo de elasticidad GPa(Msi)		104 (15)
Dureza en Vhn (Vickers)		250
Radio de flexión específico <0.070" x Grosor		2.5
Radio de flexión específico >0.070In x Grosor		3
Radio de flexión soldado x Grosor	3	
Charpy, V-Notch Impact J(ft Ibf)	14 (10)	
Límite de fatiga al stress (Notch factor Kt1) MPa(ksi)		376 (55)

3.2.- EL TITANIO COMERCIALMENTE PURO EN PROSTODÓNICA.

3.2.1. Manipulación del Titanio colado.

3.2.2.- Manipulación del Titanio mecanizado.

3.2.3.- Materiales de restauración estéticos sobre titanio.

3.2.1.- Manipulación del Titanio colado.

Hasta hace muy pocos años, algunos inconvenientes inherentes a la técnica, relacionados con su manipulación y a los materiales asociados a su uso (revestimientos y cerámicas, p. Ej.), han influido negativamente en su aceptación y aplicación clínica de manera rutinaria. (Kaus, Probst y Weber, 1996)⁴⁴ (Pang y cols., 1995)⁴⁵

El encerado es convencional pero es importante preparar los cilindros de revestimiento con los conectores bastante amplios, además, en el proceso de fundir la cera se utilizan programas específicos debido a las características de los revestimientos. (Figura 37)



Figura 37: *Se observan los “jitos” bien anchos para que el titanio pueda fluir correctamente en el colado. (Imagen obtenida de las instrucciones de uso de la cerámica Vita Titankeramik, correspondiente al sistema de colado de la firma Dentaureum).*

Entre estos inconvenientes podemos apuntar:

3.2.1.1.- Como obtener un colado de calidad con Titanio.

Es muy difícil obtener Titanio colado de alta calidad, hay que crear un doble vacío para evitar la contaminación con Oxígeno de la masa de titanio. El contacto de este elemento con el Titanio a las altísimas temperaturas en que se desarrolla el proceso (1668° C), se entiende como contaminación, ya que se origina un Titanio con multitud de poros internos y con muy malas propiedades mecánicas, debido a la oxidación de la masa interna del titanio, influyendo negativamente además en la unión con la cerámica (Kimura y cols., 1990)⁴⁶, (Taira y cols., 1998)⁴⁷.

Para evitar esa contaminación existen sistemas que evitan la presencia de oxígeno durante la fundición. Una corriente de aspiración de aire constante durante el proceso de colado elimina el oxígeno interior, aunque no crea un vacío absoluto.

Se crea una atmósfera inerte mediante gas Argón. Este desplaza totalmente al oxígeno, y no reacciona con el Titanio a elevadas temperaturas, también se utiliza en las soldaduras láser para Titanio. (Figura 38 y 39)

El buen ajuste de las restauraciones, gracias a procesos de colado que tengan en cuenta estos condicionantes es imprescindible para la aceptación clínica de este tipo de construcciones (Valderrama y cols., 1995)⁴⁸.

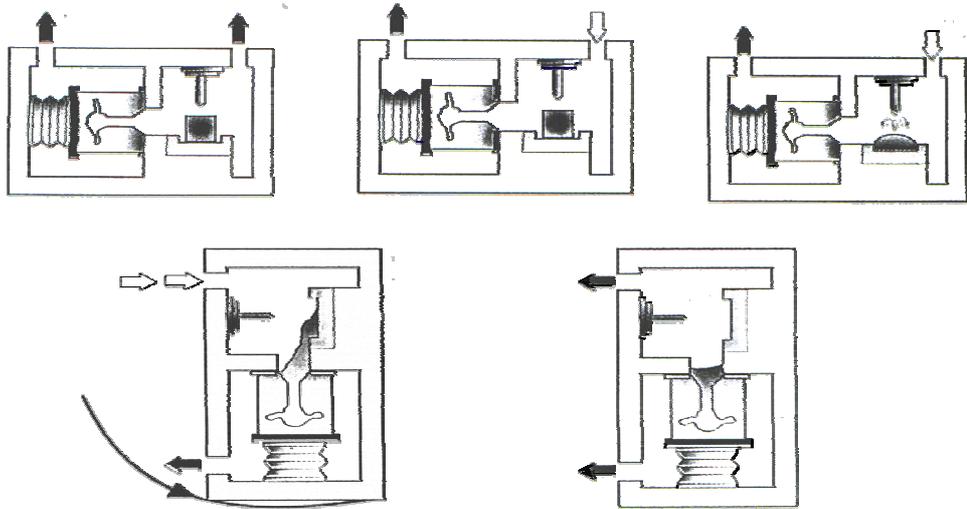


Figura 38: *Etapas del colado: 1.- Vacío. 2.- Doble vacío por entrada de gas argón. 3.- fundición del titanio. 4.- Giro de 90 grados. Caída por gravedad y aspiración. 5.- Enfriamiento lento en vacío.*

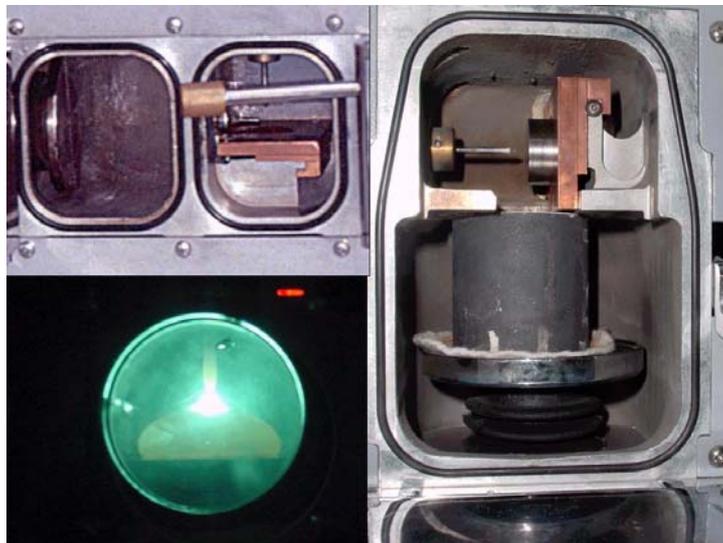


Figura 39: *Se presentan dos tipos de maquinas para colar titanio, de dos cámaras (superior izquierda) y de una sola cámara (derecha). En la parte inferior izquierda se observa una pastilla de titanio llegando a 1668° C, en ese momento la maquina gira 90° para facilitar la penetración del titanio fundido en el material de revestimiento.*

3.2.1.2.- Material de revestimiento.

Tiene que ser especial y adecuado para resistir la alta temperatura de fusión del Titanio 1668° C. Asimismo en el precalentamiento del cilindro se debe observar una subida de temperatura adecuada para mantener la estabilidad del material de revestimiento.

3.2.1.3.- Alfa-case.

Si se produce captación de oxígeno en el colado, éste provoca una capa de reacción con el material de revestimiento con efecto degenerativo sobre el metal, traducido en un endurecimiento superficial, esta capa se debe eliminar mecánicamente antes de seguir trabajando con el Ti, de lo contrario no es posible obtener un correcto comportamiento mecánico de la unión con el material de restauración. (Watanabe y cols., 1999)⁴⁹

3.2.2.- Manipulación del titanio mecanizado.

Para la elaboración de las estructuras protésicas en titanio mecanizado, así como para otros metales y porcelanas de uso dental, se precisa de maquinaria muy especializada que combina sistemas de captación de imagen muy precisos (scanner), softwares especializados para el procesamiento de los datos y máquinas fresadoras de alta precisión. Se puede mecanizar cualquier grado de titanio comercialmente puro. (www.dcs-dental.com)⁵⁰

La toma de impresiones se realiza de manera convencional y la preparación de los muñones también se realiza de manera convencional, pero a partir de este momento ya nada se realiza de manera convencional.

Los muñones se escanean y luego los datos entran en un software donde se ajustan todos los parámetros de cómo se quiere que sea la cofia de titanio que se va a construir sobre el muñón. (Figura 40 y 41)

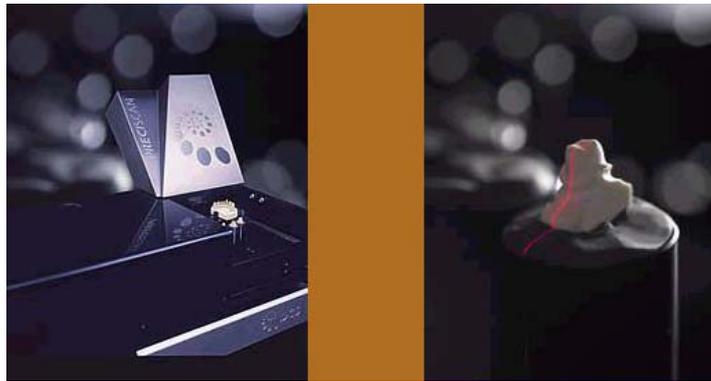


Figura 40: Escaneado de un muñón de yeso para realizar la cofia de titanio mecanizado. (Imagen obtenida en www.dcs-dental.com)

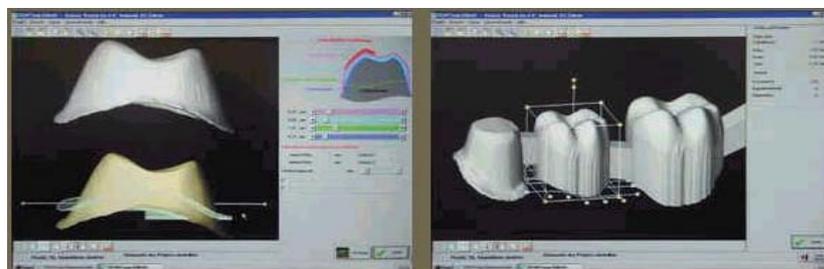


Figura 41: Paquete software para el procesado de la información. Imagen obtenida de www.dcs-dental.com

El mecanizado se realiza desgastando unos bloques preformados rectangulares de titanio mediante fresadoras de precisión. (Figura 42)

Los problemas del mecanizado aparecen debido a la reactividad del titanio con los otros metales empleados como herramientas o moldes. Estas dificultades se minimizan utilizando herramientas filosas a velocidades de corte bajas. Los resultados, vistos por la parte exterior, son indistinguibles a simple vista respecto el titanio colado. (Figura 43)



Figura 42: *Fresadora de precisión para la confección de las estructuras en titanio mecanizado. www.dcs-dental.com*



Figura 43: *Estructura de titanio mecanizado, después de ser arenado, sobre su muñón correspondiente. Imagen obtenida de www.dcs-dental.com.*

3.2.3.- Materiales de restauración estéticos sobre el titanio:

3.2.3.1.- Introducción.

Cuando se utilizan metales clásicos, es decir, Cr-Ni, aleaciones de Au-Pd, una vez obtenida la estructura metálica, la cerámica se empieza a colocar directamente sobre la estructura de metal, adhiriéndose a los óxidos de superficie de ellos, cuando se utiliza titanio esto no es así.

Las casas comerciales desarrollan adhesivos (White y cols., 1996)⁵¹ (Gilbert, Covey y Lautenschlager, 1994)⁵² que tienen la capacidad de unirse a los óxidos de superficie del Titanio, que se forman en el momento en que el titanio entra en contacto con la atmósfera. Para optimizar las condiciones de la unión, el Titanio debe ser arenado con partículas de óxido de Aluminio (Al_2O_3) para obtener una superficie rugosa que garantizará la micro-retención mecánica y además debe estar exenta de impurezas.

La existencia de las mismas en la superficie de Titanio influye negativamente en la unión con la cerámica, éstas pueden deberse a una incorrecta eliminación del α -case, al contacto excesivo del Titanio con las manos, y a restos de partículas de Oxido de Aluminio del arenado. (Figura 44) Se pueden realizar tratamientos para aumentar la adhesividad de la capa superficial del Titanio como recubrimientos de óxido de Zirconio o Itrio para disminuir la reactividad del titanio con los materiales de revestimiento. (Wang, Welsch y Monteiro, 1999)⁵³

El grado de rugosidad y por tanto, la micro-retención mecánica puede influir en la capacidad de adhesión al titanio, (Dérand y Herø, 1992)⁵⁴ por lo que debemos tener en cuenta esta variable en nuestro estudio.

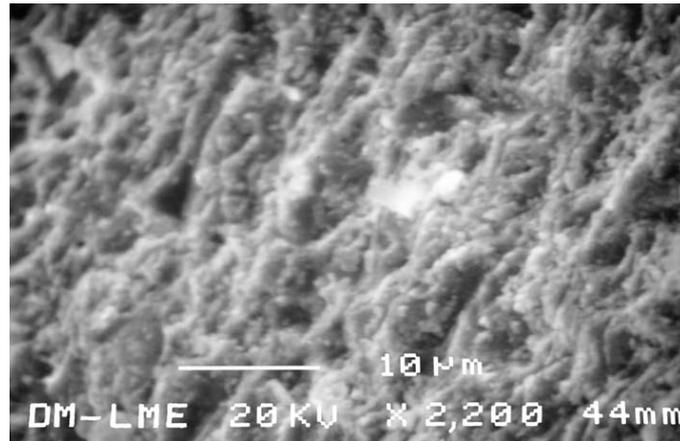


Figura 44: Imagen SEM a muchos aumentos (x 2200) de titanio grado 4 después de ser arenado con partículas de Al_2O_3 . En el centro de la imagen, y de color blanco, se observan restos de Al_2O_3 .

3.2.3.2.- Materiales estéticos sobre el Titanio.

- a.- Cerámicas.
- b.- Resinas.

a.- Cerámicas:

Las cerámicas preparadas para ser aplicadas sobre Titanio (Sommer y cols., 1991)⁵⁵ colado tienen temperaturas de cocción inferiores a las cerámicas feldespáticas de alta o mediana fusión que habitualmente se utilizan sobre metal noble o seminoble. (Tabla 20)

Son temperaturas siempre menores a 882° C (Esquivel, Chai y Wozniak, 1996)⁵⁶, ya que a esa temperatura el Titanio cambia cristalográficamente, pasa de red alfa (red hexagonal de empaque denso) a red o cristal beta (estructura cúbica centrada en el cuerpo). Este cambio repercute de manera altamente negativa en las propiedades mecánicas y físicas del titanio puro.

	Dentsply - TiBond	Noritake - Ti 22	Vita - TitanKeramik	Vita - VMK 95
Adhesivo	740°	735°	800°	
Opacificador	730°	725°	790°	950°
Dentina 1	720°	715°	770°	930°
Dentina 2	705°	700°	770°	930°
Glaseado	720°	720°	700°	900°

Tabla 20: *Temperatura de cocción de las distintas capas de cerámica para Titanio (Dentsply-Tibond, Noritake-Ti 22, Vita-Tiankeramik) y para aleaciones de Cr-Co y Cr-ni (Vita VMK 95), en ° C.*

Estas cerámicas tienen el coeficiente de expansión térmica adaptado al del Titanio, que es de $9.6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (Cañada y cols., 1998)⁵⁷, lo cual es otra diferencia respecto las cerámicas de alta fusión, además tienen más fase cristalina (mineral) que le aportan buenas propiedades ópticas y de color (Razzog y cols., 1994)⁵⁸, y menos vítrea (relleno), con lo que se modifican sus propiedades mecánicas y se tornan más frágiles. Debido a su abrasión y dureza menor, se pulen muy bien aunque tienen un desgaste sensiblemente mayor que las cerámicas de alta o mediana fusión.

b.- Resinas:

Existe, por otro lado, una línea de trabajo muy importante sobre materiales derivados de las resinas compuestas y fibras de vidrio, y su utilización como materiales de restauración sobre las aleaciones metálicas (May y cols., 1997)⁵⁹ (Cocco, 1999)⁶⁰.

Estos materiales gozan de una serie de ventajas respecto las cerámicas, como es su relativa elasticidad (próxima al esmalte) y adaptabilidad, la fotopolimerización (este es un punto muy importante, ya que las contracciones de la cerámica al cocer a altas temperaturas puede alterar el ajuste de las estructuras de titanio), y la sencillez de las reparaciones. Estos materiales son más porosos que las cerámicas, por lo que son más sensibles a las coloraciones.

La unión de estos materiales con la superficie de los metales se consigue gracias a un arenado con partículas de óxido de aluminio (Al_2O_3), que pueden tener un tamaño variable, entre 50 y 250 micras de diámetro, el cual genera micro-retención mecánica, aumenta la energía cinética del metal y su reactividad superficial, a continuación se suele depositar una capa de silano que es la que permitirá la unión química entre el óxido del metal y el adhesivo del material de restauración. (Taira y cols., 1995)⁶¹ (Taira y cols., 1998)⁶² (Kern y Thompson, 1995)⁶³.

3.3.- LITERATURA SOBRE LA UTILIZACIÓN DE TITANIO EN PRÓTESIS

FIJA.

No es muy prolifera la literatura sobre la utilización clínica del titanio, y hasta hace pocos años, esta no se mostraba excesivamente optimista respecto a su uso.

Se realizó una revisión bibliográfica cronológica analizando la evolución de los estudios sobre titanio y los resultados obtenidos, siendo el principal problema apuntado la unión de los materiales estéticos con el Titanio, tanto para las cerámicas como para las resinas, se presenta una selección de los que se consideraron más significativos. A partir de esta y juntamente con nuestra experiencia se diseñaron unas pruebas de flexión en tres puntos para la valoración de la fuerza de adhesión entre el titanio y la cerámica.

1989. Charalambides y cols.⁶⁴ Propusieron un método estandarizado para la valoración de la unión entre materiales mediante ensayos mecánicos de compresión en tres puntos, muchos de los estudios de valoración de la unión siguen su metodología.

1992. Dérand y Herø⁵⁴ publicaron un estudio muy interesante en el que compararon ya mediante test de flexión en cuatro puntos la capacidad de unión de las cerámicas sobre titanio colado y mecanizado, realizando diferentes tipos de arenado a la superficie de titanio (50 μm y 250 μm) y colocando sobre ellos dos tipos de cerámica (O'Hara y Duceratin), sin adhesivo, con adhesivo y con adhesivo dorado (gold bond), realizaron las pruebas con titanio grado 2. Observaron que la mayoría de las fracturas se producían

entre el metal y la cerámica o el adhesivo, que la mayor rugosidad del titanio influía positivamente en la capacidad de unión con la cerámica (los mejores resultados los obtuvieron al arenar el titanio con partículas de 250 μm) y no observaron diferencias estadísticamente significativas entre el titanio colado y el mecanizado. Sus resultados de resistencia a la flexión se observan en la Tabla 21. Destacan los 52 MPa de la combinación titanio colado arenado con partículas de 250 μm y la cerámica Duceratín con adhesivo.

Compararon los resultados obtenidos con otros estudios previamente publicados sobre la adhesión de otros metales de uso habitual a la cerámica, obteniendo resultados de adhesión muy parecidos en las cerámicas para titanio aplicadas con adhesivo. Incidieron en la importancia de arenar el titanio pero advertían que el arenado aumenta la dureza superficial del mismo, lo cual no es positivo para la absorción de fuerzas en carga. Ellos obtuvieron peores resultados de adhesión en la superficie mas dura que fue la arenada con partículas de 50 μm . (Figura 45)

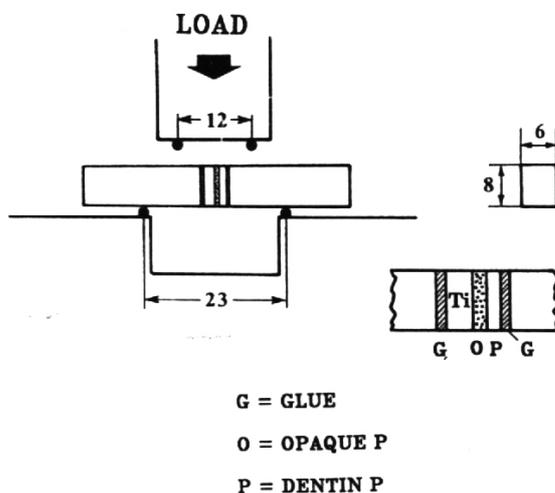


Figura 45: Esquema de un espécimen del estudio adherido a dos barras de acero y montados para un test de flexión en 4 puntos.

Table 1

Bond strength (fracture stress) between porcelain and titanium (MPa) Student t-test

Porcelain Condition	Titanium							
	Wrought				Cast			
	O'Hara		Duceratin		O'Hara		Duceratin	
	M	SD	M	SD	M	SD	M	SD
S-blast, 250 μ m	41	14	46	13	47	16	52*	15
	<i>n</i> =9		<i>n</i> =10		<i>n</i> =7		<i>n</i> =8	
S-blast, 50 μ m	38	11	-	-	-	-	28*	10
	<i>n</i> =10						<i>n</i> =9	
Goldbond							13**	8
							<i>n</i> =8	

* $P < 0.05$.

** $P < 0.01$.

Tabla 21: Resultados obtenidos por Dérand y Hero.

1996. Probster, Maiwald y Weber ⁶⁵ compararon, mediante ensayos de compresión en tres puntos diversos sistemas titano-cerámicos y un sistema de Cr-Ni-cerámica. Utilizaron titanio grado 2 arenado con partículas de 250 micras, observando resultados de adhesión muy inferiores en los sistemas titano-cerámicos, aunque si observaron una estabilidad de la unión titano-cerámica después de realizar termo-ciclados. (Figura 46) (Tabla 22)

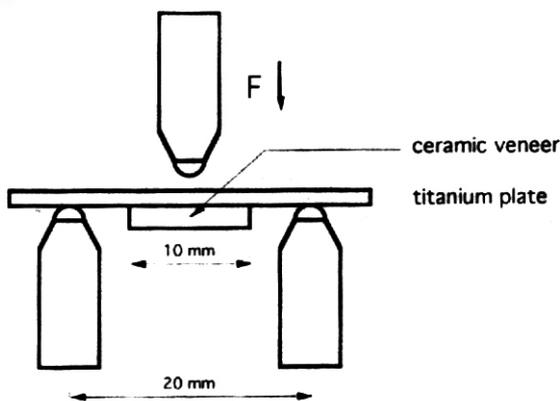


Figura 46: Esquema del test de flexión en tres puntos utilizado.

Results of three-point bending testing of titanium compatible ceramics and NiCr control. The means and standard deviations of the fracture forces Ff (in N) and three-point bending strengths TPBS (in MPa) are listed

		Ff [N]		TPBS [MPa]		T-K	n	cd-TC	cd	cr
		mean	SD	mean	SD					
NiCr	a.v.	27.3	1.8	55.1	4.7		6		6	0
	TC	24.7	1.8	49.9	5.9		6	0	6	0
	3m	23.4	1.9	49.6	2.0		6		6	0
Ti/DT	a.v.	13.9	1.7	34.0	1.0		6		6	0
	TC	12.9	1.9	37.2	5.6		6	0	6	0
	3m	11.3	1.1	30.2	4.5		6		6	0
Ti/DUC	a.v.	11.1	1.7	32.0	3.6		6		2	4
	TC	9.8	0.8	28.6	4.8		6	0	3	3
	3m	9.6	1.4	27.9	4.9		6		5	1
Ti/V	a.v.	8.2	1.4	21.4	3.3		6		6	0
	TC	5.2	0.9	13.6	1.4		6	2	4	0
	3m	6.6	1.7	19.2	4.9		6		6	0

NiCr=nickel chromium alloy with VMK 68 veneering porcelain. Ti=Titanium DUC= Duceratin. DT=DeTrey TiBond. V=Vita titanium ceramic. a.v.=as veneered. TC=thermocycling. 3m=3 months storage in corrosion medium T-K=significant differences within groups are marked with vertical bars (Tukey-Kramer HSD at 0.05 significance level) n=number of specimens tested. cd-TC=complete debonding of the veneer during thermocycling. cd=complete debonding of ceramic veneer during testing. cr=crack in ceramic veneer during testing.

Tabla 22: Resultados del estudio de Probster, Maiwald y Weber.

1996. Persson y Bergman⁶⁶ realizaron ensayos de torsión para valorar la unión Titanio-cerámica con la finalidad de eliminar la influencia de las propiedades mecánicas de los metales que existen en los ensayos de flexión, ya que en este tipo de prueba no hay deformación del metal, así encontraron valores de adhesión superiores en los sistemas titanio-cerámicos respecto a los sistemas metal-cerámicos ensayados, tanto para titanio mecanizado como colado. (Figura 47) El inconveniente de este tipo de estudios es la resistencia a la torsión es directamente proporcional a la distancia entre las superficies de unión y la ranura de aplicación de la torsión. (Lenz J., 1996)⁶⁷ En este estudio también realizaron un test de elementos finitos tridimensional, como propuesta para realizar ensayos de simulación clínica para sistemas metal-cerámicos, definiendo las zonas de máxima generación de stress al someter al modelo a pruebas de compresión en un punto. (Figura 48)

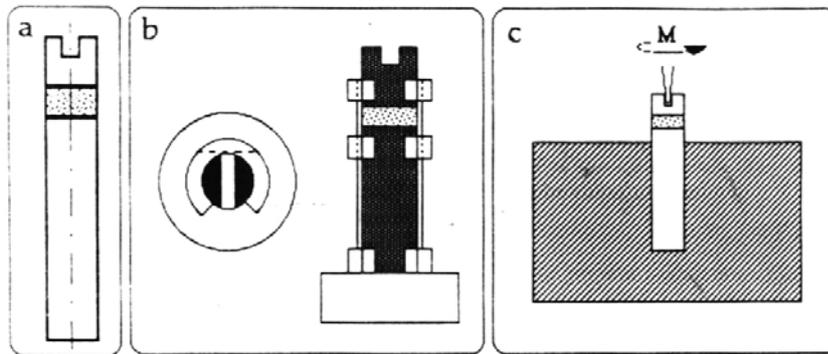


Figura 47: a: Especimen para los ensayos de torsión. La región punteada es donde esta la cerámica. b: Los especimenes se sujetan para asegurar el centro de rotación. c: Esquema del a torque en la parte superior hasta la fractura.

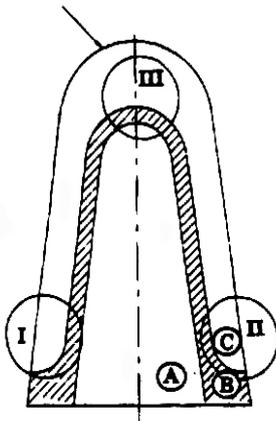


Figura 48: Distribución de carga en un modelo circular idealizado. A: muñón. B: Estructura metálica, C: Cerámica. I, II y III denotan las zonas de máxima concentración de tensiones.

1997. Chung, Swain y Mori⁶⁸ trataron de caracterizar la resistencia a la fractura de la unión titanio-cerámica mediante ensayos mecánicos de flexión-compresión calculando la resistencia a la fractura, también hicieron un cálculo teórico de la resistencia a la fractura mediante la formula de Charalambides y cols.⁶⁴, sus resultados concluyeron que el método utilizado era correcto para la valoración de los sistemas de unión Titanio-cerámica, ellos solo ensayaron con un tipo de titanio puro (sin especificar) utilizando adhesivo y cerámica.

1997. Wang y Fung⁶⁹ valoraron la aplicación de una capa de Cromo sobre el Titanio para evitar su elevada oxidación en el momento de cocer la cerámica y de esta manera aumentar la calidad de la unión, obteniendo resultados positivos a temperaturas bajas (750° C), pero sin concluir la consecución de un método efectivo para evitar la formación de óxido en la cocción de la cerámica. Si que comentaban, en cambio, que cuanto menor era la temperatura de cocción de la cerámica, menor era el grosor de la capa de oxido formada.

1998. Blume y cols.⁷⁰ concluyeron, después de realizar ensayos de compresión en tres puntos según Charalambides y cols.⁶⁴ con tres sistemas cerámicos recientemente incorporados al mercado, sobre titanio grado 1, arenado con partículas de 250 micras, que la utilización de adhesivos aumentaba la unión respecto los sistemas titanio-cerámica precedentes y la equiparaba a los sistemas metal-cerámicos convencionales de Cr-Ni. Obtuvieron resistencias de 51 Mpa para la combinación Duceratin-Titanio grado 1; 41 MPa para la combinación TiBond-Titanio grado 1 y 35 MPa para la combinación Vita-Titanio grado 1,

1999. Yilmaz y Dinçer⁷¹ presentaron resultados de ensayos de compresión en tres puntos en los que el sistema titanio-cerámica utilizado igualaba la resistencia a la fractura que los sistemas sobre Cr-Ni, utilizaron titanio grado 2 arenado con partículas de 250 micras.

También hay ejemplos del estudio de la unión de las resinas, y desde hace bastantes años:

1990. Matsumura y cols.⁷² valoraron la aplicación de titanatos, como primer, sobre el titanio y la utilización del 4-META/MMA-TBB como adhesivo para las resinas, realizaron test de cizallamiento para valorar la adhesión titanio-resina, obteniendo valores comparables a los adhesivos dentinarios actuales, sin especificar el tipo de Titanio utilizado.

1997. May et al.⁵⁹ estudiaron el Titanio grado 2 valorando el efecto del arenado y la silanización del titanio antes de la aplicación de 4-META polimetil-metacrilato, observaron una mayor calidad de unión mediante ese tratamiento de superficie. (Figura 49)

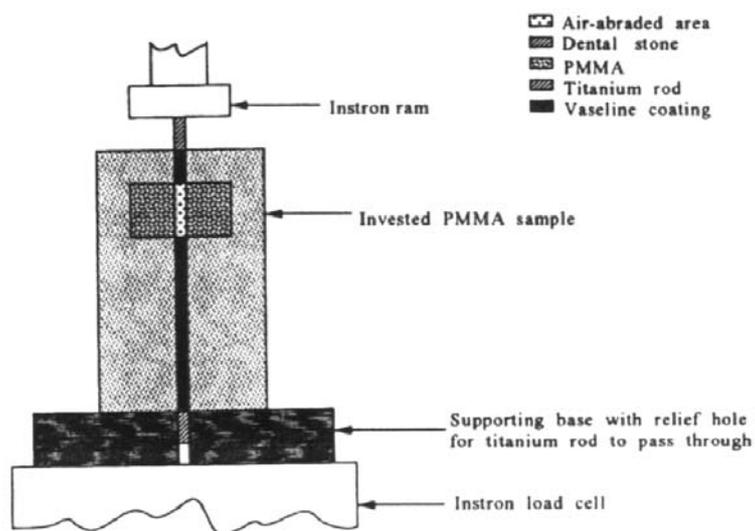


Figura 49: Montaje de las muestras del estudio dentro del revestimiento y montadas en la máquina de ensayos universales Instron.

Considerando todo esto, se debe aceptar a las restauraciones de Titanio aptas para la fabricación de prótesis estomatológicas, los estudios ya presentan niveles de éxito aceptables a largo plazo y las nuevas tecnologías van minimizando los inconvenientes de su manipulación. Con todo esto se diseñó un estudio en el que se combinó la aplicación clínica del titanio puro con el estudio del estado actual de la unión titanio cerámica, realizándose valoraciones mediante un modelo de simulación y mediante muestras estandarizadas para ensayos mecánicos de flexión en tres puntos.

3.4.- SIMULACIÓN CLÍNICA Y VALORACIÓN DE LA UNIÓN ENTRE DISTINTOS GRADOS DE PUREZA DE TITANIO CON LA CERÁMICA. ESTUDIO PRELIMINAR.

3.4.1.-Justificación:

Hasta hace relativamente pocos años, los estudios reflejaban peores resultados funcionales en las prótesis realizadas con titanio frente a los metales convencionales, actualmente ya se encuentran estudios en que los resultados se igualan, e incluso superan a los obtenidos por los sistemas tradicionales, como se ha visto en la revisión bibliográfica, incluso se encuentran estudios de seguimiento del funcionamiento de prótesis realizadas en titanio. (Walter y cols., 1999)⁷³

Los buenos resultados clínicos propuestos por estas estructuras de titanio con cerámicas de baja fusión nos animó a comprobar el comportamiento que tendrán sobre los distintos tipos de titanio, ya sea mecanizado o colado. Ambos sistemas presentan grandes diferencias en la fabricación de las estructuras, como la ausencia de fundición y reacciones con materiales de revestimiento en el titanio mecanizado. Era preciso disminuir las variables y diseñar un estudio discutible con la literatura internacional, por lo que fue necesario este estudio preliminar.

Se realizaron las pruebas de este estudio preliminar sobre titanio grado 2 (el estudiado en la mayoría de los artículos revisados) y titanio grado 4, con distinto contenido en elementos intersticiales cada uno de ellos (Tabla 19) (pag. 108).

Este estudio preliminar permitió valorar si las diferencias entre el grado 2 y el grado 4, que les confieren propiedades mecánicas y químicas distintas, pueden influir en la unión con los materiales estéticos y en su comportamiento mecánico (deformación en carga), gracias a este estudio se definió el grado de titanio con que se construirían las muestras del estudio de comparación entre titanio colado y mecanizado y el tratamiento superficial que se aplicaría para optimizar la adhesión con las cerámicas.

También se investigaron elementos que ayudaron a optimizar los resultados del objetivo final, como el tamaño de las partículas con las que se arenaron las muestras teniendo en

cuenta lo revisado en la literatura y la propia experiencia, la rugosidad óptima del titanio, la cerámica utilizada, todo contrastado con la literatura, con el fin de disminuir variables que puedan enmascarar la comparación entre el titanio colado y el mecanizado.

Se realizamos este estudio mediante un modelo de simulación, cumpliendo el doble objetivo de definir parámetros para el siguiente estudio y al mismo tiempo valorar los materiales que ofrezcan mejores resultados para su uso clínico.

3.4.2.-Objetivos:

Se nos las plantean las siguientes preguntas:

¿Todas las estructuras de Titanio-cerámica tienen igual comportamiento independientemente del grado de pureza del titanio?

¿Todas las estructuras de Titanio-cerámica tienen igual comportamiento independientemente del tipo de cerámica?

La realización de las pruebas sobre titanio grado 2 y titanio grado 4, con distinto contenido en elementos intersticiales cada uno de ellos, nos debía permitir valorar si estas variaciones, que les confieren propiedades mecánicas y químicas distintas, (Tabla

24) pueden influir en la confección de estructuras de porcelana fundida sobre titanio.

	Grado 2	Grado 4	
Tensión Máxima	483	683	MPa.
Límite elástico	352	559	MPa.
Dureza	190	250	Vhn.
Módulo de Elasticidad	103	104	GPa.

Tabla 24 : *Propiedades mecánicas de los distintos grados de Titanio puro, según normas ASTM.*

Las hipótesis planteadas son:

- 1- No influye el grado de titanio en el comportamiento de las estructuras Titanio – cerámica.
- 2- No influye el tipo de cerámica en el comportamiento de las estructuras Titanio – cerámica.

Nuestros objetivos, por tanto, son:

- Valoración y comparación del tipo de fractura, de la resistencia a la fractura y del desplazamiento necesario para la fractura entre estructuras protésicas construidas con titanio grado 2 y 4 combinados con 3 cerámicas distintas.
- Determinar las composiciones de las interfaces y valorar las diferencias en la interfaz entre los dos diferentes grados de titanio.

3.4.3.-Material:

Se realizó un modelo de simulación clínica (fantomas) con la intención de minimizar las variables no controlables en el protocolo de trabajo de la investigación, por lo que se confeccionó una prótesis parcial fija (ppf) sobre casquillos protésicos troncocónicos de 8° y 14° (Klockner implants, Barcelona) montados sobre replicas de implante incluidas en un bloque de resina acrílica. (Figura 50).

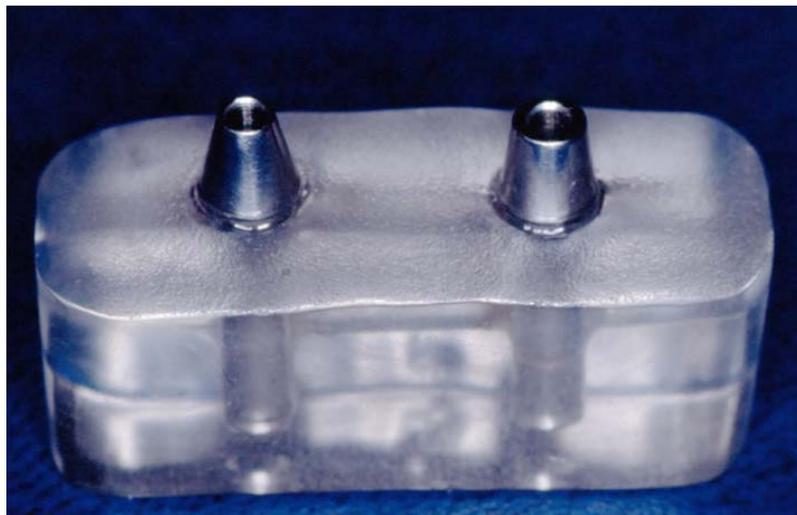


Figura 50: *Modelo de simulación sobre el que se construyeron las prótesis parciales fijas.*

- Se utilizaron calcinables mecanizados prefabricados.
- Las estructuras metálicas se colaron con Titanio comercialmente puro para colar grado 2 y grado 4. (Schütz Dental, Rosbach, Alemania) por el sistema Biotan-2,

a los cuales se aplicó cerámica de 3 casas comerciales, Super porcelain Ti-22 (Noritake, Nagoya, Japón), TiBond (Dentsply-DeTrey, Konstanz, Alemania), Titan-Keramik (Vita, Bad Säckingen, Alemania), que fue cocida en un horno Ivoclar Programat P90-P95 (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein).

- Se utilizó un articulador semiajustable Quick-Master para montar los modelos.
- Las pruebas de ruptura se realizaron con la máquina universal de ensayos mecánicos INSTRON-4057 electromecánica (Instron, Massachusetts, USA) y el paquete software MT de ensayos mecánicos.
- Se utilizó el microscopio electrónico de barrido JEOL 6400 (Jeol, Tsukuba, Japón) con microanálisis Lynk acoplado al microscopio electrónico. La pletina del microscopio electrónico donde estará situada la muestra fue acoplada para el tamaño de las muestras, teniendo la posibilidad de doble inclinación para mejorar la observación de la muestra. Se utilizaron electrones retro-dispersados para obtener una mejora de la imagen.
- Para determinar la composición química se utilizó el microanálisis de energía dispersada de Rayos X, el cual nos da unos espectros de los materiales cerámicos que presentan la interfaz.

- Los ensayos de rugosidad superficial sobre las superficies tratadas se han realizado con un rugosímetro para medidas bidimensionales, “Surftest SV-500[©] (Mitutoyo, Sakato, Japón)”. Los valores numéricos de los diferentes parámetros de rugosidad superficial, se calcularon con el software “Surfpack v3.00[©] (Mitutoyo, Sakato, Japón).
- La dureza en los materiales metálicos estudiados mediante un microdurómetro de alta sensibilidad AKHASI (Akhasi, Kanagawa, Japón).

Las imágenes de la maquinaria de laboratorio para el análisis de los materiales se presentan en el siguiente estudio.

3.4.4.-Métodos:

Se realizó un modelo de simulación clínica, consistente en una prótesis parcial fija sobre casquillos protésicos troncocónicos de 8° y 14° de conicidad. Para el encerado, se utilizaron calcinables prefabricados, una única mezcla de revestimiento permitió eliminar variables de expansión según las condiciones de mezcla (se necesitan revestimientos especiales que soporten la alta temperatura de fusión del Titanio, 1668°C), se controlaron los grosores de metal en los dientes pilar para que fuesen uniformes en todas las caras vestibulares, palatinas, oclusales y mesiales y se coció el mismo número de capas de cerámica en todos los casos.

El montaje de las estructuras en articulador semiajustable, con un supuesto antagonista, nos permitió obtener uniformidad en las caras oclusales. (Figura 51)



Figura 51: *El modelo de simulación montado en articulador semiajustable para igualar la forma de todas las prótesis parciales fijas construidas.*

Se modelaron tres estructuras de Titanio con cada grado de pureza, se arenaron todas las estructuras con partículas de Oxido de Aluminio (Al_2O_3) de 50 micras (μm) de grosor y a 3 atm. de presión y sobre ellas se aplicaron y cocieron cada uno de las cerámicas obteniéndose un total de seis muestras. (Figura 52)



Figura 52: *Imagen de las prótesis parciales fijas elaboradas antes de los ensayos mecánicos. A la izquierda están las de titanio grado 3, a la derecha las de titanio grado 4. En el centro se observa el modelado de la estructura metálica.*

Se realizó análisis de la fractura y su ubicación mediante ensayos mecánicos de compresión, ejerciendo presión vertical en el pónico, desplazándose la célula de carga a una velocidad de 0.3 mm/min., (Figura 53) la evolución normal de la fuerza y el desplazamiento en todos los casos consta de una primera fase de asentamiento de los puentes sobre los casquillos (constante en todos los casos) y una segunda fase de aumento de la resistencia detectándose pequeños cracks momentos antes de la fractura.

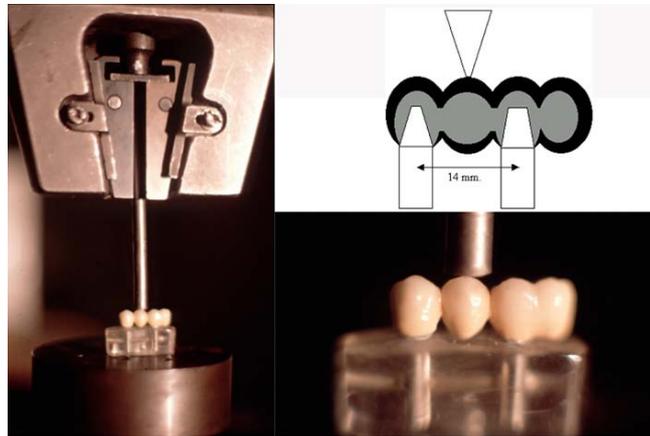


Figura 53: *Imagen del modelo de simulación montado en la máquina Instron y esquema de la aplicación de la fuerza en el ensayo mecánico.*

Una vez las muestras habían sido ensayadas mecánicamente se estudiaron bajo microscopía electrónica con el fin de caracterizar las interfases.

Para ello se prepararon las muestras para microscopía electrónica de barrido, realizando una limpieza de contaminantes con ultrasonidos a baja frecuencia con el fin de no afectar a la integridad de la muestra. Para optimizar la observación microscópica se recubrieron con capa de oro mediante sputtering. Esta capa de oro de pocos nanómetros

hace a la muestra conductora y permite la observación adecuada y fidedigna (gracias al pequeñísimo espesor de la capa de oro) de la muestra.

Se trabajó con diferencias de potencial de 15 a 20 KV y a diferentes distancias de trabajo para la mejora de la calidad de la imagen. Se optimizaron los parámetros del microscopio electrónico para distinguir las diferentes fases de las muestras objeto de este estudio.

Se realizaron diferentes microanálisis de energía dispersada de Rayos X de las prótesis, para determinar la buena homogeneidad de las fases y que no hubiera segregaciones de las mismas que podrían provocar alteraciones en el comportamiento mecánico de la interfaz.

Para el análisis de rugosimetría, realizado después de los ensayos mecánicos, se ha utilizado un palpador de diamante de forma cónica (90°) con $5\ \mu\text{m}$ de diámetro en la punta, de una resolución mínima de $0,1\ \mu\text{m}$. Se han analizado 5 diferentes zonas de cada una de las muestras, realizándose 3 lecturas de rugosidad para cada uno. Para cada una de las lecturas, se ha tomado una longitud de muestra de $0,8\ \text{mm}$, analizándose 3 muestras, es decir, la longitud total de ensayo para cada lectura ha sido de $2,4\ \text{mm}$. ($0,8\ \text{mm} \times 3$). Además se ha ensayado con un “pre-travel” de $0,4\ \text{mm}$. para estabilizar la posición del disco antes de iniciar la lectura.

Se ha utilizado un filtro Gaussiano con longitud de corte igual a la longitud de muestra, 0,8 mm. Así, partiendo del perfil que detecta el rugosímetro, se filtran las longitudes de onda superiores a la de corte, obteniendo como resultado el perfil de rugosidad R, a partir del cual se calculan los parámetros.

Los parámetros obtenidos en cada lectura han sido:

- Ra (Media aritmética de las desviaciones del perfil): es la media aritmética del valor absoluto de las distancias desde la línea media al perfil R dentro de la longitud de muestra. Esta línea media es una línea de referencia para el cálculo de los distintos parámetros, que se determina por el método de los mínimos cuadrados respecto al perfil R en cada longitud de muestra. Ra se calcula en micrómetros y es el parámetro más general y comúnmente utilizado para describir la rugosidad.

Para la determinación de la dureza se han utilizado las superficies metálicas cargando con una carga de 100 gramos durante 15 segundos. Se han realizado 15 medidas para cada uno de los ensayos.

3.4.5.-Resultados:

En los ensayos mecánicos de compresión observamos y estudiamos diversos valores:

a.- Punto de fractura.

Las estructuras titanio-cerámica rompieron en las zonas de concentración de tensiones, es decir, en la vertical de la fuerza y en los márgenes de las estructuras (Figura 54). Sobre el Titanio grado 2 obtenemos fracturas combinadas, adhesivas-cohesivas, en cambio sobre el titanio grado 4, obtenemos fracturas adhesivas. (Tabla 25)



Figura 54: Las p.p.f. después de ser sometidas al ensayo mecánico.

	Ti-Bond	Noritake	Vita
<u>Grado 2</u>	916 a	802 a	947 c
<u>Grado 4</u>	1371 a	1148 a	1288 a y c

Tabla 25: Resistencia a la fractura de los puentes estudiados y punto de fractura. A: Fractura en la unión titanio-material estético. (fractura adhesiva) C: Fractura dentro del cuerpo del material estético (fractura cohesiva). Los resultados de resistencia a la fractura se expresan en Newtons (N)

b.- Desplazamiento de la célula de carga.

Los resultados respecto al desplazamiento de la célula de carga hasta que se produce la

fractura se muestran en la tabla 26 y se expresan en milímetros (mm.).

	Noritake	Ti-Bond	Vita
Ti – 4	0.55	0.69	0.71
	0.53	0.74	0.59

Tabla 26: *Desplazamiento de la célula de carga (en mm.).*

c.- Resistencia a la fractura.

Los puentes realizados sobre el titanio grado 4 obtuvieron mejores resultados en cuanto a resistencia a la fractura, obteniéndose los mejores resultados en la combinación que permitió un mayor desplazamiento de la célula de carga hasta la fractura. (Tablas 25 y 26.

d.- Caracterización de la interfaz.

Para la observación de la interfaz, se decidió utilizar las muestras correspondientes a la cerámica que en nuestras pruebas había sufrido una fractura cohesiva para poder compararla con la fractura adhesiva que había obtenido esa misma cerámica sobre un grado de titanio distinto.

En primer lugar se obtuvieron cinco microanálisis de la interfaz de adhesivo y cerámica para las muestras estudiadas. En las Figuras 55 y 56 se pueden apreciar los

difractogramas de Rayos X de la cerámica Vita. Se realizaron más de 15 muestreos y en todos los casos fueron idénticos. Es decir, se puede garantizar la homogeneidad de los materiales utilizados así como la buena dispersión de sus fases. No se apreciaron fenómenos de segregaciones de fases o de falta de fraguado, en todos los puntos se apreció la buena homogeneidad, consistencia y ausencia de defectos propios de una mala reacción de fraguado o de endurecimiento.

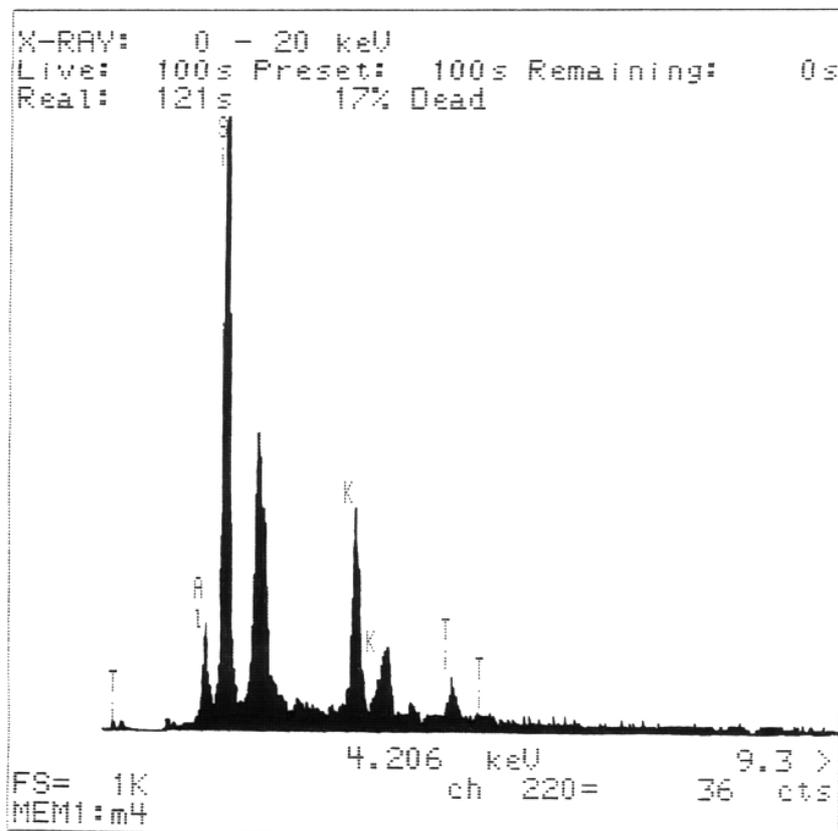


Figura 55: *Difractograma del Titanio grado 2 con la cerámica vita.*

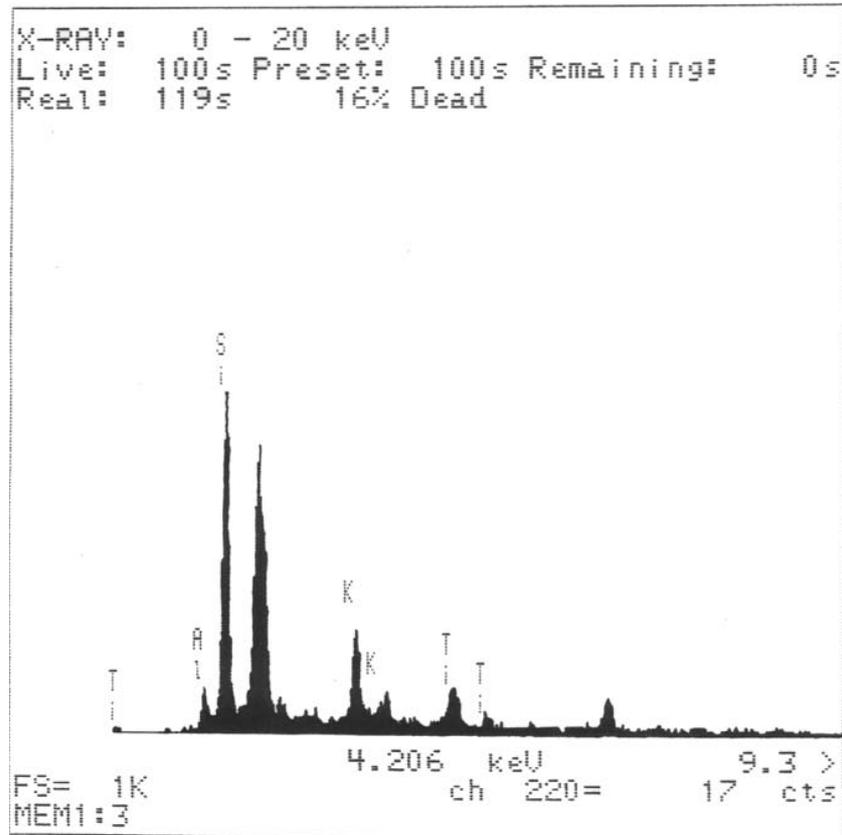


Figura 56: *Difractograma del titanio grado 4 con la cerámica vita.*

Asimismo, no se apreciaron diferentes microanálisis entre el titanio de grado 2 y el titanio de grado 4, así como no se apreciaron trazas de titanio en los elementos cerámicos, lo cual quiere decir que el titanio actúa como un elemento inerte respecto a los productos cementantes, no teniendo lugar difusión de los elementos metálicos en los cerámicos. Este hecho, también se debe a la mala difusividad del titanio sobre estas estructuras y a la baja temperatura de cocción de las cerámicas, la cual evita el movimiento de átomos de titanio.

Los resultados de adhesión se comentan a continuación. Cabe recordar, que estas muestras han sido ensayadas mecánicamente:

Cuando estudiamos los sistemas titanio-cerámica, nos encontramos con diversas superficies de fractura o grietas que separan las masas de material así que vamos a definir las: El propio Titanio, grado 2 y 4, la masa compuesta por el adhesivo y el opaquer, a la cual llamaremos “opaquer”, y la masa de cerámica a la que llamaremos “cerámica”.

En el primer sistema estudiado, Titanio grado 2- Vita, ya se puede apreciar en la Figura 57 como la parte más débil es la interfaz entre el opaquer y la cerámica, teniendo una adherencia entre el opaquer y el titanio casi total. Esta descohesión con respecto a la cerámica se puede observar mejor a mayores aumentos en la Figura 58. En esta última Figura también puede apreciarse una propagación de grieta hacia el interior de la cerámica y en sentido perpendicular a la interfaz.

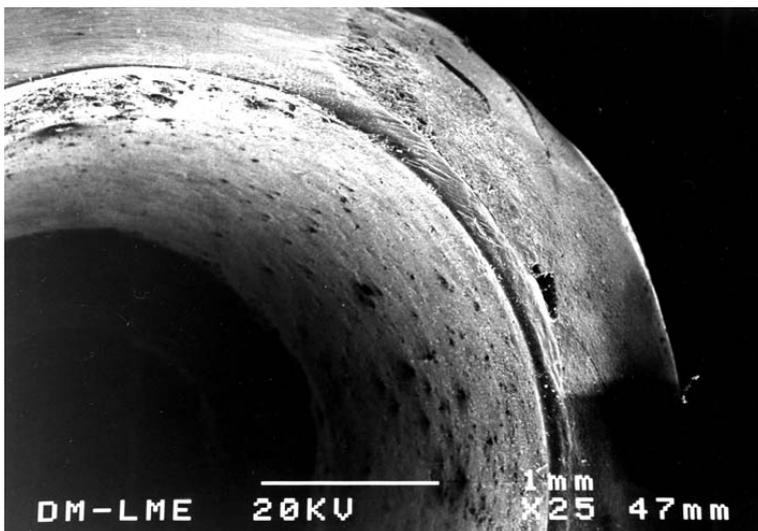


Figura 57: *Imagen SEM de la muestra titanio grado 2-vita a pocos aumentos (x25).*

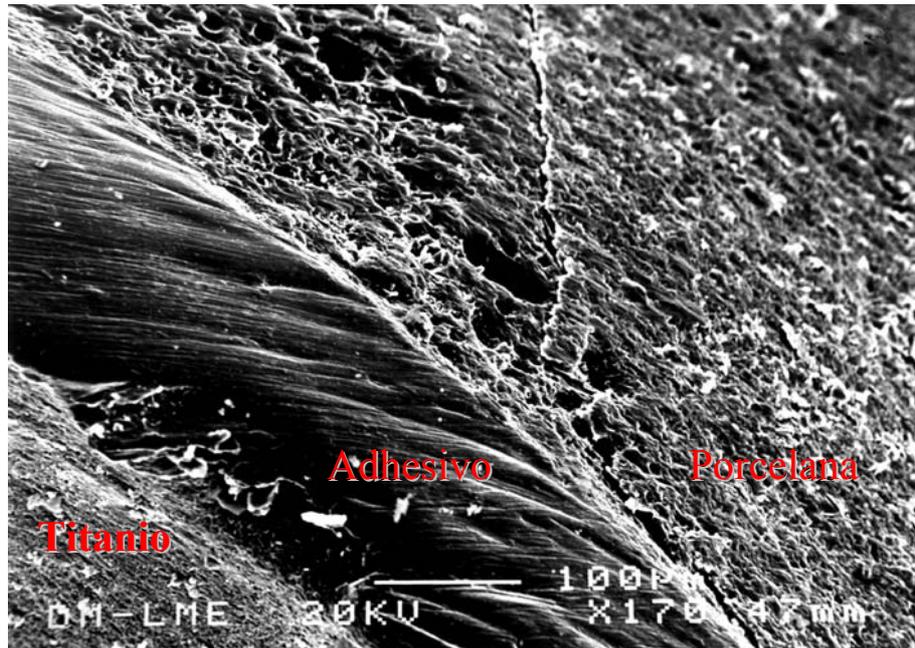


Figura 58: Imagen SEM de la muestra titanio grado 2-vita a muchos aumentos (x170).

La valoración de la adherencia del sistema Cerámica con el Opaquer en titanio grado 2 es del 70.5 % de unión y el Opaquer con el titanio grado 2 es del 90.0 %.

Cuando estudiamos el sistema de titanio grado 4 con la cerámica Vita, se pueden apreciar grandes fracturas entre la cerámica y el opaquer y el titanio grado 4 y el opaquer, como se aprecia en la Figura 59, donde se puede apreciar un gran espacio fracturado o no adherido en la interfaz opaquer-titanio. En el caso de titanio grado 2-Vita no se apreciaron fallos en la interfaz opaquer-Titanio.

Este aspecto se puede explicar por dos hechos:

1. En primer lugar, por el diferente grado de titanio. El titanio grado 2 es más dúctil que el titanio grado 4, el titanio de grado 2 mostraba una dureza 65 unidades Vickers más baja que el titanio de grado 4, este hecho quiere decir que el titanio de grado 2 es más deformable ante la tensión y es capaz de absorber una mayor energía que el titanio de grado 4.

Por tanto, como estas muestras han sufrido tensión mecánica, el grado 2 ha sido capaz de absorber la energía de la deformación en la interfaz titanio - opaquer, rompiendo el sistema por la unión opaquer-cerámica y el de grado 4 al no tener tanta capacidad ha podido provocar grietas en la parte más débil del sistema que es la interfaz titanio-opaquer.

2. En segundo lugar, es debido a la rugosidad de los substratos de titanio. En el titanio de grado 2 la rugosidad fue de Ra de $1.29 \mu\text{m}$ y para el titanio de grado 4 la rugosidad fue de Ra $1.05 \mu\text{m}^*$. La mayor rugosidad del titanio de grado 2 produce una mayor superficie de contacto entre la cerámica y el propio titanio y por tanto hay una mayor superficie eficaz para soportar las cargas mecánicas.

El hecho de que el titanio de grado 2 tenga una mayor rugosidad que el titanio de grado 4 cuando los tratamientos de conformación han sido los mismos se debe a que al tener menor dureza la superficie queda más dañada y por tanto más rugosa y a su vez mejora la fijación con la cerámica.

Los valores de rugosidad y dureza obtenidos se muestran en la tabla 27. La rugosidad es un valor medio de todas las medidas realizadas, y son valores que según el test de doble varianza ANOVA presentan valores estadísticamente significativos. De la misma manera los valores de dureza obtenidos.

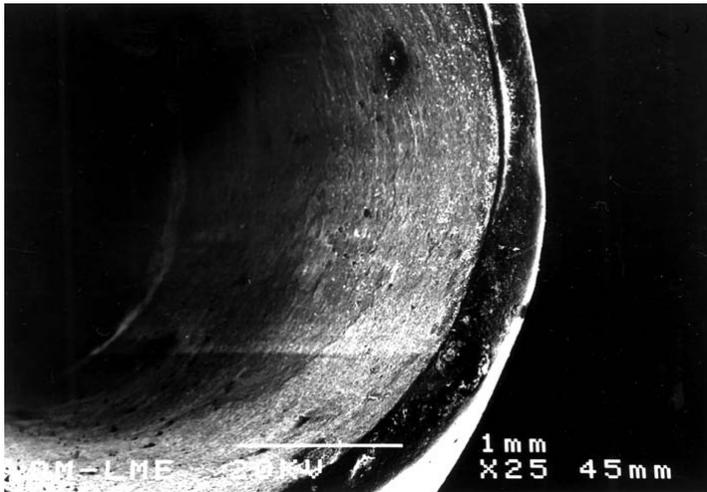


Figura 59: *Imagen SEM de la muestra titanio grado 4-Vita a pocos aumentos (x25).*

	Rugosidad. Ra (μm)	Dureza Vickers (HVN)
Titanio grado 2	1,29	193
Titanio grado 4	1,05	228

Tabla 27: *Valores de rugosidad y dureza obtenidos por las muestras de Titanio grado 2 y grado 4.*

En la Figura 60 se puede apreciar la parte interna de la fractura de la interfaz titanio grado 4 - opaquer haciendo uso de la gran profundidad de campo del microscopio electrónico. Se puede apreciar el desconchamiento de la cerámica, como si el material hubiera sufrido un arrancamiento. Asimismo en la Figura 61, como en el caso del sistema Titanio 2- Cerámica se pueden apreciar grietas en la cerámica. Este hecho puede ser debido a alguna expansión de volumen de la cerámica que produce alguna pequeña

absorción de agua o bien en los procesos de endurecimiento, que puede provocar la fractura por no poder asumir estos pequeños cambios de volumen.

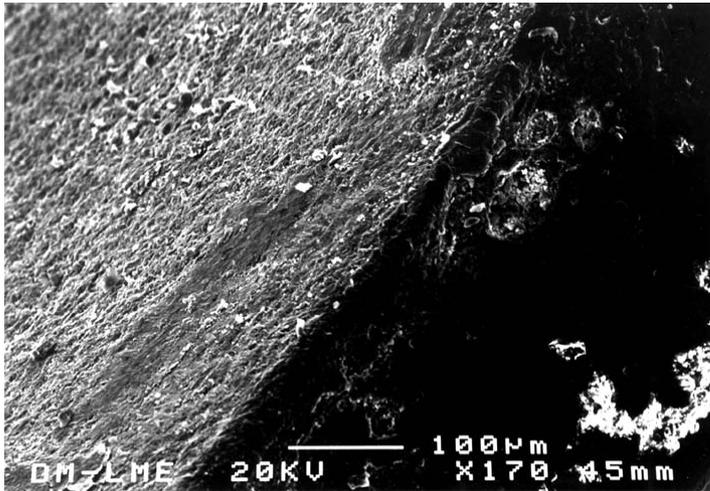


Figura 60: *Imagen SEM de la interfaz titanio 4- opaquer a muchos aumentos (x170)*

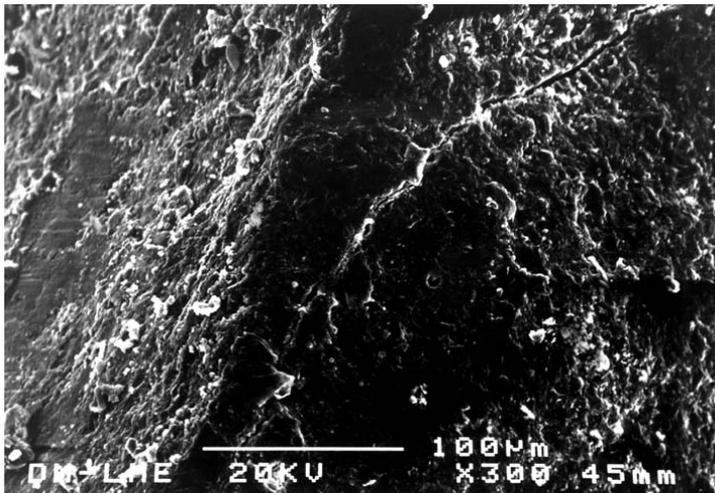


Figura 61: *Imagen SEM de una grieta en la cerámica Vita sobre titanio grado 4 a muchos aumentos (x300)*

La valoración de la adherencia de la Cerámica con el opaquer en titanio grado 4 es del 50.5 % de unión y la del titanio grado 4 con el opaquer es del 45.0 %.

3.4.6.- Discusión:

a.- Punto de fractura.

La cerámica Vita es la que obtuvo mejores resultados y la única en sufrir una fractura cohesiva (dentro de su estructura), sobre titanio grado 2. En los análisis mediante microscopía electrónica se determinó que la fractura se produjo entre el opaquero y la porcelana.

Coincidimos con las observaciones de Persson y Bergman⁶⁶ respecto las zonas donde se genera mayor stress, ya que son las zonas donde hemos observado las fracturas de las cerámicas en nuestro modelo de simulación. También coincidimos en la observación de las zonas de concentración de tensiones con los autores (Godet y cols., 2001)⁷⁴ al realizar un modelo de simulación sometido a ensayos de compresión en tres puntos.

b.- Desplazamiento de la célula de carga.

Se realizaron estudios entre los valores de titanio grado 2 y grado 4 así como entre los valores de las tres cerámicas estudiadas. El método estadístico utilizado fue el de doble varianza ANOVA con una probabilidad de $p < 0.05$. (Tablas 28, 29 y 30)

A continuación se resume el análisis estadístico realizado:

- No se observaron diferencias estadísticamente significativas entre el titanio grado 2 y grado 4. (Tabla 31)

PROTESIS DE ALTA BIOCMPATIBILIDAD

- No se observaron diferencias estadísticamente significativas con una $p < 0.05$ entre la cerámica Noritake y la Ti-Bond, pero sí cuando $p < 0.1$, es decir, con una probabilidad de un 90%, hay diferencias estadísticamente significativas. (Tabla 32)

- No se observaron diferencias estadísticamente significativas entre Noritake y Vita. (Tabla 33)

- No se observaron diferencias estadísticamente significativas entre Ti-Bond y Vita. (Tabla 34)

<i>Variable</i>	<i>N</i>	<i>Mean</i>	<i>Median</i>	<i>Tr Mean</i>	<i>StDev</i>	<i>Se Mean</i>
Noritake	2	0.5400	0.5400	0.5400	0.0141	0.0100
Ti-Bond	2	0.7150	0.7150	0.7150	0.0354	0.0250
Vita	2	0.6500	0.6500	0.6500	0.0849	0.0600

Tabla 28: Estadística descriptiva.

Source	DF	SS	MS	F	P
Factor	2	0.03130	0.01565	5.43	0.101
Error	3	0.00865	0.00288		
Total	5	0.03995			

<i>Disp.</i>				Individual 95% Cis for Mean
Level	N	Mean	StDev+.....+.....+.....+
Noritake	2	0.5400	0.01414	(.....*.....)
Ti-Bond	2	0.71500	0.03536	(.....*.....)
Vita	2	0.65000	0.08485	(.....*.....)
			+.....+.....+.....+
Pooled StDev: 0.05370				

Tabla 29 y 30: Análisis de la Varianza. (Disp.= desplazamiento.)

Desp.	Two sample T for Ti2/Cer vs Ti4/Cer			
	N	Mean	StDev	SE Mean
Ti2/Cer	3	0.6500	0.0872	0.050
Ti4/Cer	3	0.6200	0.1080	0.062
95% CI for mu Ti2/Cer – mu Ti4/Cer: (-0.225, 0.285)				

Tabla 31: *T-test e intervalo de confianza para Ti2/Cer vs Ti4/Cer.*

Desp.	Two sample T for Noritake vs Ti-Bond			
	N	Mean	StDev	SE Mean
Noritake	2	0.5400	0.0141	0.010
Ti-Bond	2	0.7150	0.0354	0.025
95% CI for mu Noritake – mu Ti-Bond: (-0.517, 0.167)				

Tabla 32: *T-test e intervalo de confianza para Noritake y Ti-bond.*

Desp.	Two sample T for Noritake vs Vita			
	N	Mean	StDev	SE Mean
Noritake	2	0.5400	0.0141	0.010
Vita	2	0.6500	0.0849	0.0600
95% CI for mu Noritake – mu Vita: (-0.883, 0.663)				

Tabla 33: *T-Test e intervalo de confianza para Noritake y Vita.*

Desp.	Two sample T for Ti-Bond vs Vita			
	N	Mean	StDev	SE Mean
Ti-Bond	2	0.7150	0.0354	0.025
Vita	2	0.6500	0.0849	0.0600
95% CI for mu Ti-Bond – mu Vita: (-0.761, 0.891)				

Tabla 34: *T-Test e intervalo de confianza para Ti-Bond y Vita.*

c.- Resistencia a la fractura.

El método estadístico utilizado para la valoración de los resultados también fue el de doble varianza ANOVA, con una probabilidad de $p < 0.05$. (Tabla 35, 36 y 37)

- Se observaron diferencias estadísticamente significativas entre el Titanio grado 2 y el Titanio grado 4. El Titanio grado 4 aumenta la resistencia a la fractura de manera estadísticamente significativa, con un valor de casi el 99%. (Tabla 38)

- No se observaron diferencias estadísticamente significativas entre Noritake y Ti-Bond. (Tabla 39)

- No se observaron diferencias estadísticamente significativas entre Noritake y Vita para una $p < 0.05$ pero si para $p < 0.1$, es decir, con una probabilidad de un 90%, hay diferencias estadísticamente significativas. (Tabla 40)

- No se observaron diferencias estadísticamente significativas entre Ti-Bond y Vita. (Tabla 41)

<i>Variable</i>	<i>N</i>	<i>Mean</i>	<i>Median</i>	<i>Tr Mean</i>	<i>StDev</i>	<i>Se Mean</i>
Noritake	2	1144	1144	1144	322	228
Ti-Bond	2	975	975	975	245	245
Vita	2	1117	1117	1117	241	170

Tabla 35: Estadística descriptiva.

PROTESIS DE ALTA BIOCMPATIBILIDAD

Source	DF	SS	MS	F	P
Factor	2	32916	16458	0.22	0.812
Error	3	221511	73837		
Total	5	254427			

<i>Fractura</i>				Individual 95% Cis for Mean
Level	N	Mean	StDev+.....+.....+.....+.....
Noritake	2	1143.5	321.7	(.....*.....)
Ti-Bond	2	975.0	244.7	(.....*.....)
Vita	2	1117.5	241.1	(.....*.....)
			+.....+.....+.....+
Pooled StDev: 271.7				

Tabla 36 y 37: Análisis de la varianza.

Fractura	Two sample T for Ti2/Cer-R vs. Ti4/Cer-R			
	N	Mean	StDev.	EE Mean
Ti2/Cer	3	888,3	76,4	44
Ti4/Cer	3	1.269	113	65
95% CI for mu Ti2/Cer- - mu Ti4/Cer-: (-631, -131)				
T-Test mu Ti2/Cer- = mu Ti4/Cer- (vs not =) : T = -4.84 P = 0.017 DF = 3.				

Tabla 38: T-Test e intervalo de confianza para Ti2/Cer vs. Ti4-Cer.

<i>Fractura</i>	Two sample T for Noritake vs Ti-Bond			
	N	Mean	StDev	SE Mean
Noritake	2	1143	322	228
Ti-Bond	2	975	245	173
95% CI for mu Noritake – mu Ti-Bond: (-3463, 3800)				

Tabla 39: T-test e intervalo de confianza para Noritake y Ti-bond.

<i>Fractura</i>	Two sample T for Noritake vs Vita			
	N	Mean	StDev	SE Mean
Noritake	2	1143	322	228
Vita	2	1117	241	171
95% CI for mu Noritake – mu Vita: (-3586, 3638)				

Tabla 40: *T-Test e intervalo de confianza para Noritake y Vita.*

<i>Fractura</i>	Two sample T for Ti-Bond vs Vita			
	N	Mean	StDev	SE Mean
Ti-Bond	2	975	245	173
Vita	2	1117	241	171
95% CI for mu Ti-Bond – mu Vita: (-3229, 2944)				

Tabla 41: *T-Test e intervalo de confianza para Ti-Bond y Vita.*

3.4.7.-Conclusiones:

Aunque la muestra fue pequeña, los resultados mostraron una tendencia que fue suficiente atendiendo a los objetivos planteados en este estudio preliminar:

- Los puentes sobre Titanio grado 4 tienen un mejor comportamiento mecánico, resistieron más en los ensayos mecánicos de compresión.
- La unión es mejor en el Titanio grado 2, tal como demostró el estudio de la interfaces mediante microscopia electrónica.

- La cerámica Vita es la que presenta mejor unión con el titanio, por ser la única que sufre una fractura cohesiva (sobre titanio grado 2)

Observando la importancia de la retención micro-mecánica en la adhesión de los materiales se decidió usar titanio grado 4 para la comparación entre titanio colado y mecanizado al cual se confirió una superficie rugosa, mediante arenado con partículas de Oxido de Aluminio (Al_2O_3), como mínimo equivalente a la que dio resultados óptimos para el titanio grado 2, así, en vez de arenar las muestras de titanio con partículas de 50 micras, se arenaron con partículas de 250 micras.

También se decidió añadir otras aleaciones de uso odontológico, como son el Cr-Ni y el Cr-Co a modo de grupos control.

3.5.- ESTUDIO COMPARATIVO DE LA UNIÓN TITANIO-CERÁMICA ENTRE TITANIO COLADO Y TITANIO MECANIZADO.

3.5.1.- Justificación.

La valoración final de resistencia a la fractura entre los tipos de titanio se realizará mediante un test de flexión en tres puntos, para posibilitar la discusión de nuestros resultados con los encontrados por otros investigadores.

Se ha realizado el estudio según la Norma Europea EN ISO 9693:1999 publicada en español en septiembre de 2.000.

Clínicamente se justifica por la necesidad de conocer la aplicación de titanio colado o mecanizado para construir estructuras de prótesis fijas con las mismas garantías que otros metales utilizados tradicionalmente. Se utilizaron muestras realizadas con Cr-Ni y con Cr-Co como control negativo.

Es muy importante en un estudio de flexión en tres puntos, tener en cuenta las propiedades mecánicas de los metales que se someterán al estudio, ya que estas influyen directamente en la capacidad de deformación de los sustratos estudiados. En la tabla 42a se resumen las más importantes de los metales control usados en este estudio. Obsérvese la similitud existente entre el Cr-Ni y Cr-Co.

	Cr-Co	Cr-Ni	Ti-4
Modulo de elasticidad E (GPa)	210-250	200-230	104
Límite elástico σ_E (MPa)	390-600	400-600	483-559
Resistencia a la flexión σ_M (Mpa)	680-840	550-800	552-683
Dureza, en V.H.N.	360-390	200-350	250

Tabla 42a: *Propiedades mecánicas de las aleaciones de Cr-Co y Cr-Ni y Titánio grado 4.*

En la tabla 42b se muestran las propiedades mecánicas de las cerámicas usadas en este estudio, las diferencias que presentan pueden influir en el comportamiento de las estructuras metal-cerámicas fabricadas con ellas.

	VMK 95	Titan-Keramic
Coefficiente de expansión térmica ($10^{-6} \times K^{-1}$)	13.1-13.7	8.6-9.0
Modulo de elasticidad E (GPa)	91	90-100
Resistencia a la flexión ($Nmm^{-2} = MPa$)	85	80
Dureza, en V.H.N.	470	*
Densidad (g/cm^3)	2.4	2.4

Tabla 42b: *Propiedades mecánicas de las cerámicas usadas sobre Cr-Ni, Cr-Co (Vita VMK 95) y Titanio (Vita Titan-Keramik). *: Se consultó directamente con la empresa Vita para conocer el valor pero no lo pudo facilitar porque no se había testado. Las cerámicas para titanio suelen tener valores próximos a 500 VHN.*

3.5.2.- Objetivos.

Partimos de la hipótesis de que no importa el procesado del titanio con el que se fabrica la estructura, en el caso de la comparación entre los dos tipos de titanio.

También partimos de la hipótesis de que no importa el metal con el que construir las estructuras protésicas para prótesis fija, ya que también compararemos los resultados obtenidos por el titanio con los otros metales.

- Valorar y comparar la fuerza de unión entre titanio colado grado 4 y titanio mecanizado grado 4 y una cerámica comercializada para usar sobre esos materiales.
- Valorar la dureza de los metales-substrato y su rugosidad para aproximar las condiciones ideales para la unión titanio-cerámica.
- Conocer el tipo de fractura de las muestras ensayadas mediante caracterización microscópica de la interfaces.

3.5.3.-Materiales.

Se utilizaron cuatro metales distintos; Titanio grado 4 colado (Schütz Dental), Titanio grado 4 mecanizado (DCS), Cr-Ni (Wiron[®]99, Bego), Cr-Co (Wirobond[®]C, Bego). Cerámicas para cada uno de esos metales; Vita Titan-keramik (Titanio colado y mecanizado) y Vita VMK 95 (Cr-Ni) y (Cr-Co). Las cerámicas fueron cocidas en un horno Ivoclar Programat P90-P95.

Para el arenado se utilizaron partículas Al₂O₃ de 250 micras (Strahlmittel bond, Degussa) a 3 atm. de presión sobre el titanio mecanizado y colado y a 5 atm. de presión sobre el Cr-Ni y Cr-Co.

El equipo utilizado en los ensayos mecánicos fue una máquina de tracción-compresión Adamel Lhomargy [®] modelo DY 34 (Adamel Lhomargy, Roissy en Brie, Francia) equipada con una célula de carga de 10 kN. Tal equipo es de tipo electromecánico y la oscilación de los elementos móviles, aunque existe, está minimizada, lo cual influye en la precisión y en la no inducción de tensiones internas a las muestras que podrían falsear los resultados del ensayo.

El equipo se controló por medio de la conexión a un PC equipado con un paquete de software Autotrac[®]. El aspecto del equipo de ensayos utilizado se puede observar en la Figura 62.

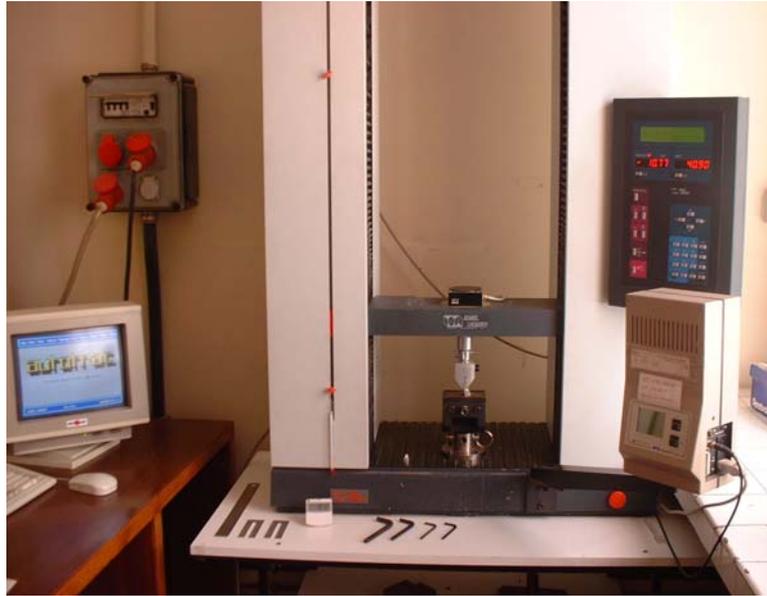


Figura 62: *Equipo utilizado para la realización de los ensayos*

Los valores de dureza de los substratos metálicos se han obtenido utilizando un microdurómetro Matsuzawa ® DMH-1 (Matsuzawa, Akita, Japón) conectado a un monitor para visualizar las diagonales de las huellas de indentación. (Figura 63).



Figura 63: *Equipo de microdureza Vickers Matsuzawa ® DMH-1.*

Los valores de rugosidad de los substratos se han obtenido utilizando un rugosímetro Mitutoyo® modelo surfstest SV 502 (Mitutoyo, Sakato, Japón) conectado a un PC con un software de control automático Surfpak ® V 3.00. (Figura 64)



Figura 64: *Rugosímetro Mitutoyo ® modelo SV 502.*

Para las superficies de despegue tanto del substrato metálico como del recubrimiento cerámico, se utilizó un equipo de técnica SEM (*Scanning Electron Microscopy*) JEOL ® JSM-6400 Scanning Microscope. (Jeol, Tsukuba, Japón) (Figura 65)



Figura 65: *Equipo de microscopía de barrido SEM JEOL ® JSM-6400 Scanning Microscopy.*

3.5.4.- Métodos.

Se confeccionaron 10 planchas de dimensiones conocidas con cada uno de los metales seleccionados para el estudio.

La Figura 66 muestra el esquema utilizado y las dimensiones de las muestras.

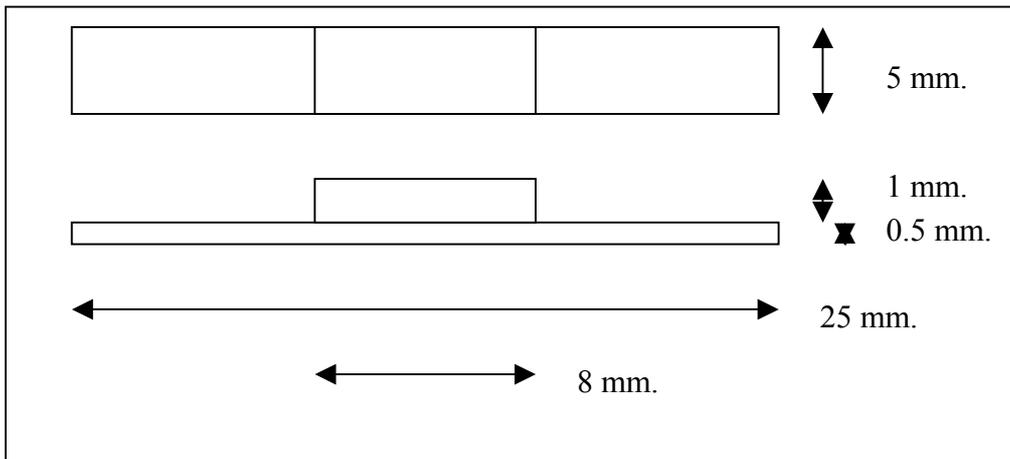


Figura 66: *Vista frontal y lateral de las muestras fabricadas para el estudio.*

Se arenaron las planchas con partículas de Al_2O_3 de 250 μm de grosor, todas durante el mismo tiempo, y con una presión de 2 atm. para el titanio, y de 5 atm. para el Cr-Ni y Cr-Co. (Figura 67)



Figura 67: *Arenado de una muestra de Titanio grado 4.*

En la parte central de las planchas se determino la superficie para colocar la cerámica, limitándola mediante cinta adhesiva. (Figura 68)

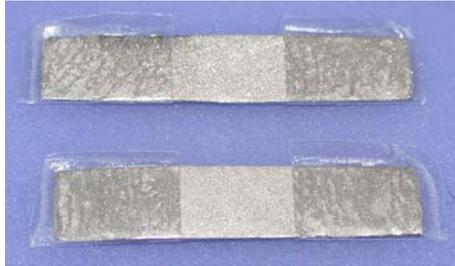


Figura 68: *Las cintas determinan la superficie para colocar la cerámica. La cinta adhesiva no se retiró, se volatilizó en la primera cocción de cada muestra.*

Se colocó el mismo número y espesor de capas de cerámica en todos los casos.

La metodología para colocar la cerámica fue la siguiente: En las dos series de planchas de titanio, primero se colocó una capa de adhesivo, y a continuación se colocaron, ya en todas las series, dos capas de opaquer, una capa de dentina opaca, y una capa de esmalte, hasta alcanzar una altura de 1mm. (Figuras 69, 70 y 71)



Figura 69: *Una muestra de cada una de las combinaciones. De izquierda a derecha: Titanio 4 colado-cerámica, Titanio 4 mecanizado cerámica, Cr-Ni-cerámica, Cr-Co-cerámica.*

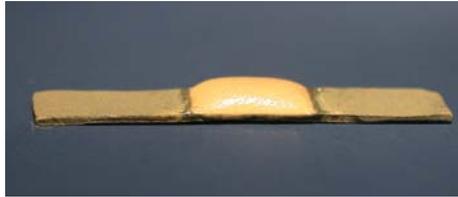


Figura 70:

io.



Figura 71: *Imagen de las 10 muestras de Cr-Ni usadas para el estudio.*

Se utilizaron las muestras agrupadas en cuatro series distintas, con las denominaciones y número de muestras que se indican en la tabla 43.

Denominación de la serie	Número de muestras
Titanio 4 colado-cerámica	10
Titanio 4 mecanizado-cerámica	10
Cr-Ni-cerámica	10
Cr-Co-cerámica	10

Ta

En la Figura 72 se puede apreciar el aspecto y tamaño de las muestras utilizadas en cada una de las series utilizadas en los ensayos. En la tablas 44 a 47 se indican las dimensiones de cada una de las muestras ensayadas.

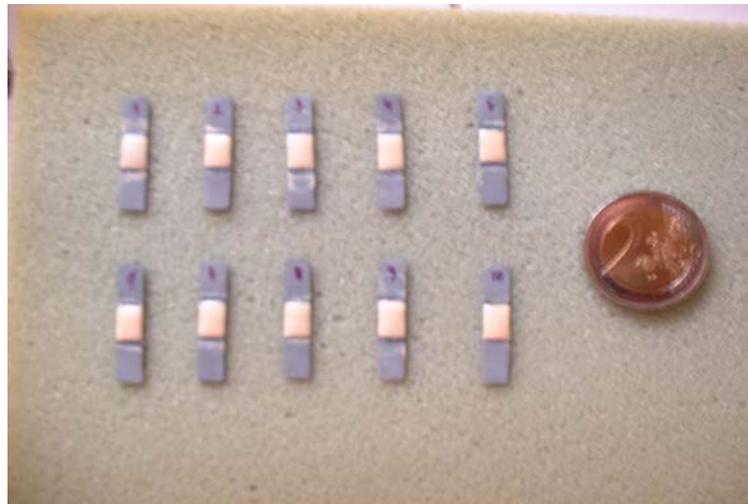


Figura 72: Aspecto y tamaño de las muestras.

	Ti4 colado-cerámica		
Muestra	Largo (mm)	Ancho (mm)	Espesor (mm.)
1	24,9	5,4	0,6
2	25,3	5,0	0,5
3	25,3	5,2	0,6
4	24,9	5,3	0,6
5	25,1	5,4	0,5
6	25,2	5,1	0,5
7	24,4	4,7	0,6
8	24,5	5,0	0,5
9	24,2	4,9	0,5
10	24,7	5,1	0,5
Media	24,85	5,11	0,54

Tabla 44: Dimensi e las muestra serie Ti4 colado-cerámica.

	Ti4 mecanizado-cerámica		
Muestra	Largo (mm.)	Ancho (mm.)	Espesor (mm.)
1	24,9	5,1	0,5
2	24,3	5,1	0,6
3	25,0	5,1	0,6
4	25,0	4,9	0,5
5	25,2	5,2	0,5
6	25,2	5,4	0,6
7	25,2	5,1	0,5
8	25,0	5,2	0,5
9	25,1	5,1	0,6
10	25,2	5,2	0,6
Media	25,01	5,14	0,55

Tabla 45: Dimensiones de las muestras de Ti4 mecanizado-cerámica.

	Cr-Ni-cerámica		
Muestra	Largo (mm.)	Ancho (mm.)	Espesor (mm.)
1	25,2	5,4	0,5
2	25,5	5,5	0,5
3	24,6	5,6	0,5
4	25,5	5,5	0,5
5	25,3	5,5	0,6
6	25,5	5,5	0,5
7	25,9	5,4	0,6
8	25,5	5,5	0,6
9	25,5	5,6	0,5
10	25,4	5,5	0,5
Media	25,39	5,5	0,53

Tabla 46: Dimensiones de las muestras de la serie Cr-Ni-cerámica.

Cr-Co-cerámica			
Muestra	Largo (mm)	Ancho (mm)	Espesor (mm.)
1	25,0	5,5	0,5
2	25,6	5,2	0,6
3	24,9	5,5	0,5
4	24,9	5,6	0,6
5	25,7	5,5	0,5
6	25,4	5,5	0,5
7	24,8	5,6	0,5
8	25,6	5,5	0,5
9	24,3	5,5	0,5
10	25,2	5,4	0,5
Media	25,14	5,48	0,52

Tabla 47: Dimensiones de muestras de cerámica CrCo-cerá

El esquema de flexión por tres puntos es el clásico. Se colocaron las muestras sobre una distancia de apoyo (*span*) de 20 mm., debido a las pequeñas dimensiones de las muestras a ensayar. La longitud de dichas muestras estaba comprendida entre 25,9 y 24,2 mm. como valores máximo y mínimo, respectivamente y se colocaron según el esquema de la Figura 73.

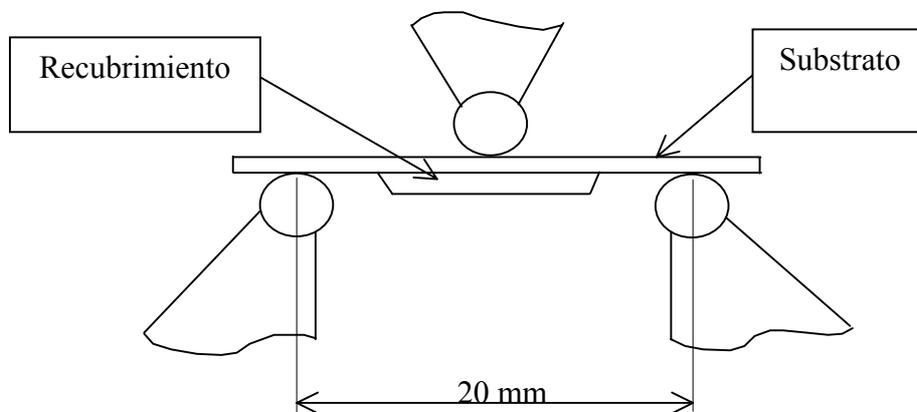


Figura 73: Esquema de la disposición de las muestras y soportes para la realización de los ensayos.

El apoyo de cada una de las muestras se realizó sobre dos soportes metálicos colocados sobre un plato plano horizontal, el cual se fijó firmemente a la bancada fija del equipo de ensayo. La distancia de 20 mm. se tomó con un pie de rey y se comprobó el paralelismo entre los cilindros de soporte y el cilindro de aplicación de fuerza, verificando una distancia constante entre dichos elementos.

El elemento de aplicación de la fuerza fue un útil diseñado expresamente para ensayos de flexión por tres puntos en cuyo extremo disponía de un cilindro idéntico a los de apoyo. Tal elemento se fijó solidario al cabezal móvil del equipo de ensayos por medio de un pasador.

El aspecto y la disposición de los útiles de soporte se muestran en la Figura 74 y la disposición general de los elementos utilizados en los ensayos se muestra en la Figura 75.

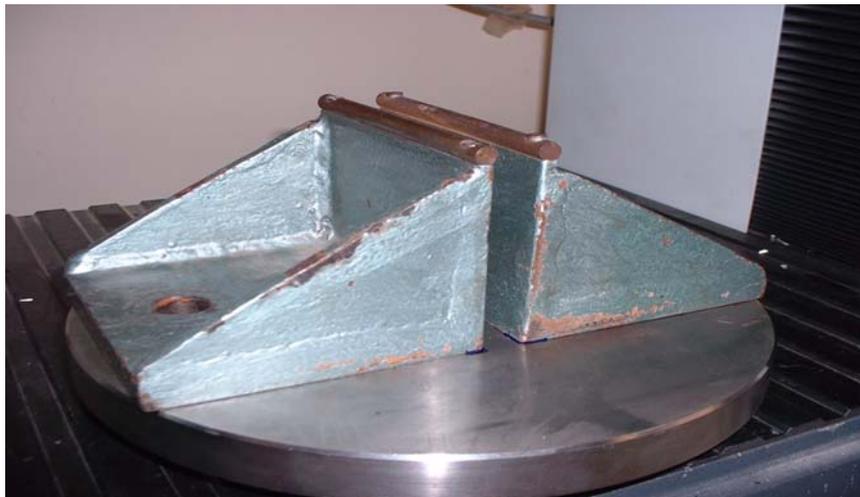


Figura 74: *Aspecto y disposición de los útiles de soporte de las muestras a ensayar. Distancia de apoyo: 20 mm.*



Los parámetros generales de los programas de control, fueron los siguientes:

- Célula de carga: 10 kN
- Tipo de test: a compresión
- Límite de carga: 1000 N
- Unidades: Carga en Newtons (N) y desplazamiento en milímetros (mm)
- Ensayo sin extensómetro
- Aplicación de la carga: rampa lineal desde 0N hasta 1 kN a una velocidad de avance de 3 mm./min hasta la rotura por desprendimiento del recubrimiento cerámico adherido al substrato metálico.

Para cada una de las muestras ensayadas se procedió a la colocación manual de las mismas en los cilindros de soporte, procurando que el elemento móvil hiciese contacto en el punto medio del recubrimiento cerámico, pero en su cara opuesta, tal como se muestra en la Figura 76.



Figura 76: *Asp*

r el programa de

Para cada una de las muestras ensayadas, se desplazó manualmente el cabezal móvil hasta llegar a contacto con la muestra a ensayar, sin inducirle precargas. Seguidamente se procedió a colocar el cero de fuerza y el cero de desplazamiento para ésta posición, momento mostrado en la Figura 6, y se ejecutó el programa de carga programado en el PC de control. Una vez realizado el ensayo, (Figura 77) se guardó cada muestra en una bolsa de plástico para la realización de posteriores ensayos, y se marcó la identificación de la misma.



Figura 77: *En
metálica respecto*

*ón de la plancha
los dos materiales.*

Para la valoración de la dureza, la carga aplicada en todos los casos fue de 1 kg. y se mantuvo durante 20 segundos. Para cada una de las series, se utilizó una muestra y se realizaron 10 indentaciones a cada una de ellas para poder realizar un tratamiento estadístico (valor medio y desviación estándar).

Para la valoración de la rugosidad superficial de los metales, los parámetros introducidos en el programa de control fueron los que se muestran a continuación:

- Sampling length (longitud de la muestra): 0,800 mm.
- Number of sampling length (número de longitudes de muestra): 5
- Evaluation length (longitud total del ensayo): (longitud de la muestra)*(número de longitudes de muestra) = $0,800 * 5 = 4,0$ mm.

- Data compensation (tipo de filtro de compensación de forma): inclination/whole (tipo de compensación total)
- Cut-off (longitud de onda del filtro de corte): 0,800
- Filter (filtro de corte): Gaussiano
- Pre/post-travel (estabilización inicial/final): $0,5 * \text{Cut-off} = 0,400$ mm.
- Speed (velocidad de avance del palpador): 0,1 mm./s
- Range (fondo escala): $600 \text{ mm} = \pm 300$ mm.

Con los parámetros de ensayo introducidos en el software de control, se cumplen las normas de rugosidad JIS B0601-1994. Para cada una de las series, se utilizó una muestra y se le realizaron 10 mediciones de rugosidad a cada una de ellas para poder realizar un tratamiento estadístico (valor medio y desviación estándar). Se calcularon los valores de rugosidad referentes a Ra , Ry , Rq y Rz .

Ra es la media aritmética del valor absoluto de las distancias desde la línea media al perfil R dentro de la longitud de muestra. Se calcula en micras y es el parámetro más general y utilizado para describir una rugosidad.

Ry es un valor extremo y describe la distancia entre la altura del máximo pico y la profundidad del mayor valle, dentro de la longitud de la muestra. Ry según ISO/JIS es la media de los valores máximos de altura pico-valle, a lo largo de la longitud total de ensayo.

Rq es el valor medio de la raíz cuadrada de las desviaciones del perfil respecto a la línea media, dentro de la longitud de la muestra. Es más sensible que Ra a los valores extremos debido a la operación de la raíz cuadrada. Rq tiene un significado estadístico.

Rz es el valor medio del valor absoluto de los cinco picos más altos más el valor medio del valor absoluto de los cinco valles más profundos, dentro de la longitud de la muestra.

En el análisis de microscopia electrónica se observó la superficie de fractura de una muestra de cada serie, en la zona donde se desprendió el recubrimiento cerámico. Además, se observó la superficie de fractura del recubrimiento cerámico en cada caso.

Cada una de las partes observadas se recubrió con una fina capa de oro de pocos Angstroms de espesor con el fin de obtener superficies conductoras y poder efectuar la observación microscópica con éxito, aunque los substratos metálicos que ya de por sí son conductores.

3.5.5.-Resultados.

Los resultados de los ensayos de flexión por 3 puntos para cada una de las 40 muestras, se pueden consultar en las gráficas de las Figuras 78 a 117.

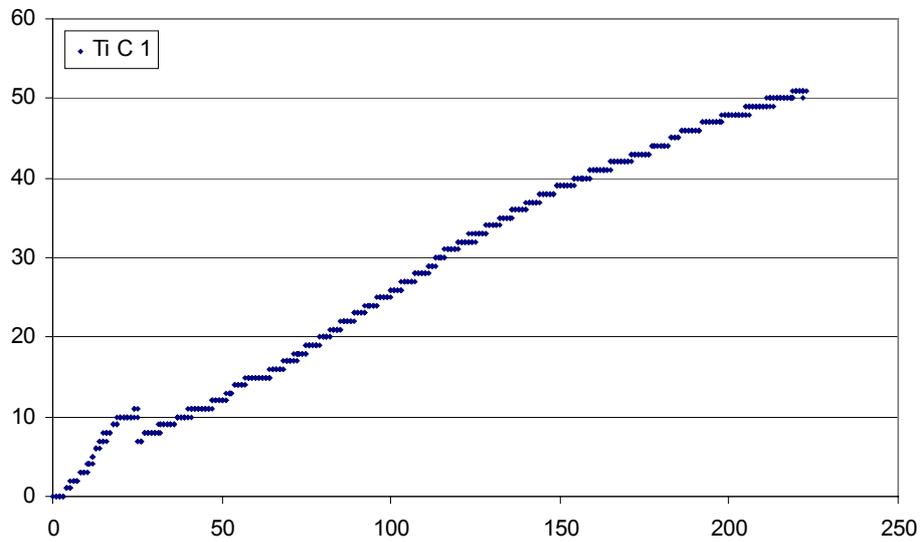


Figura 78: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm.) para la muestra 1 de la serie Ti 4 colado-cerámica.

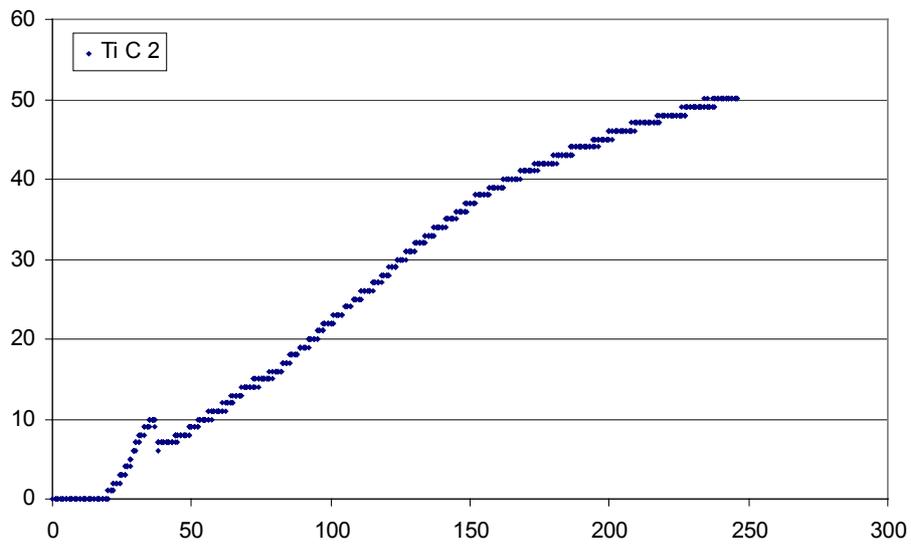


Figura 79: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm.) para la muestra 2 de la serie Ti 4 colado-cerámica.

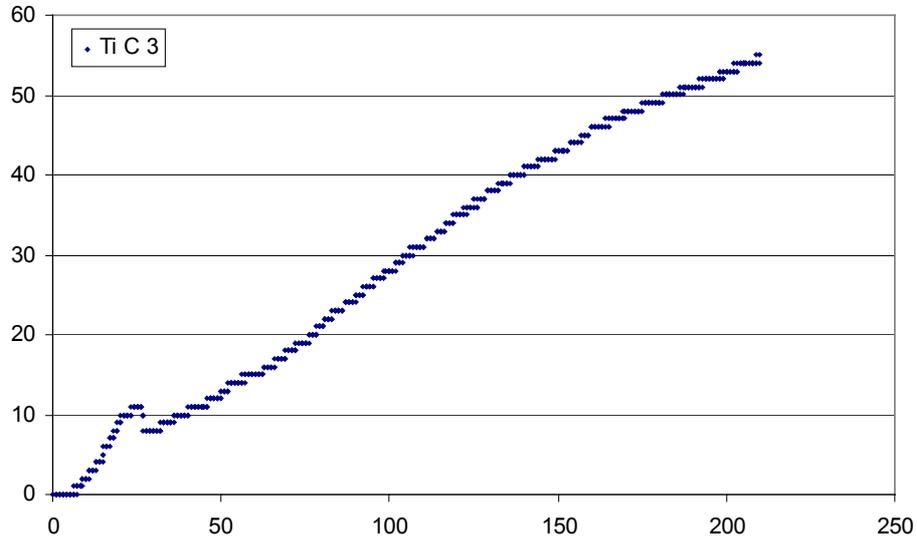


Figura 80: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm.) para la muestra 3 de la serie Ti 4 colado-cerámica.

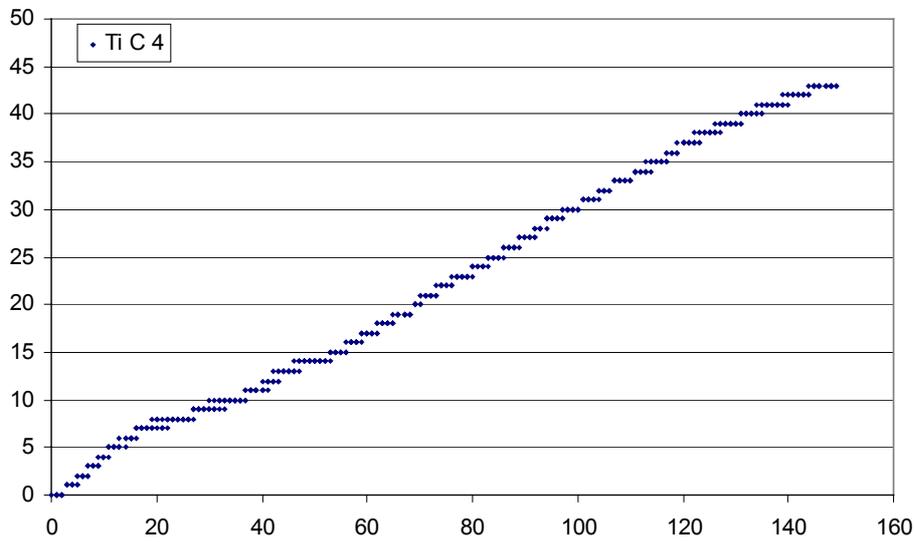


Figura 81: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm.) para la muestra 4 de la serie Ti 4 colado-cerámica.

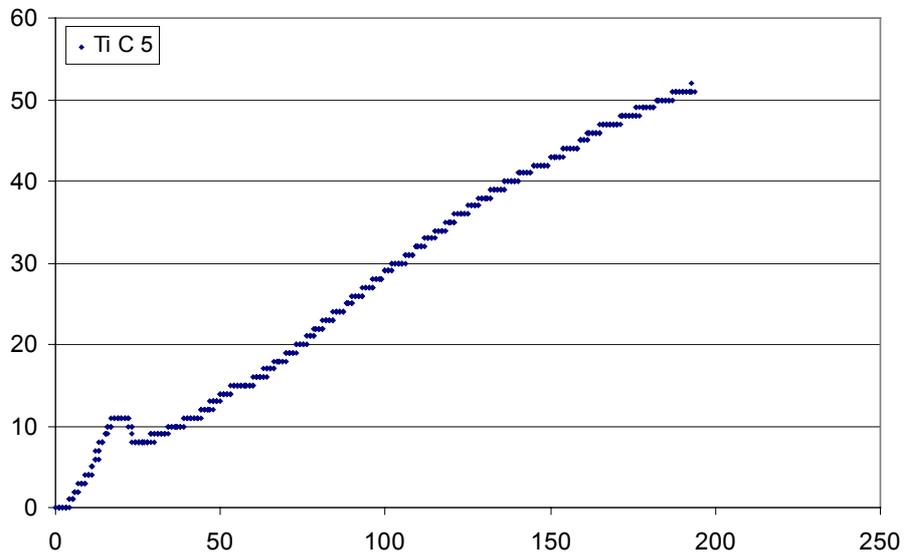


Figura 82: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm.) para la muestra 5 de la serie Ti 4 colado-cerámica.

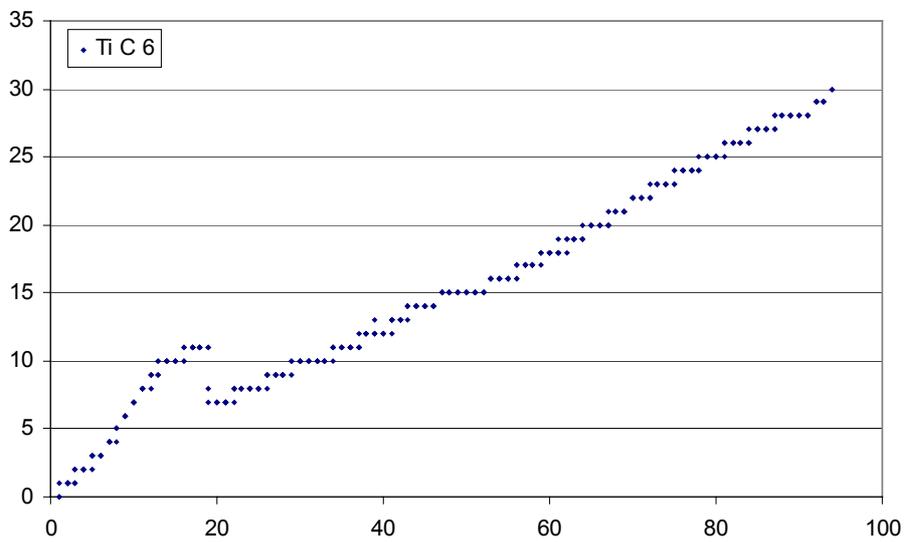


Figura 83: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm.) para la muestra 6 de la serie Ti 4 colado-cerámica.

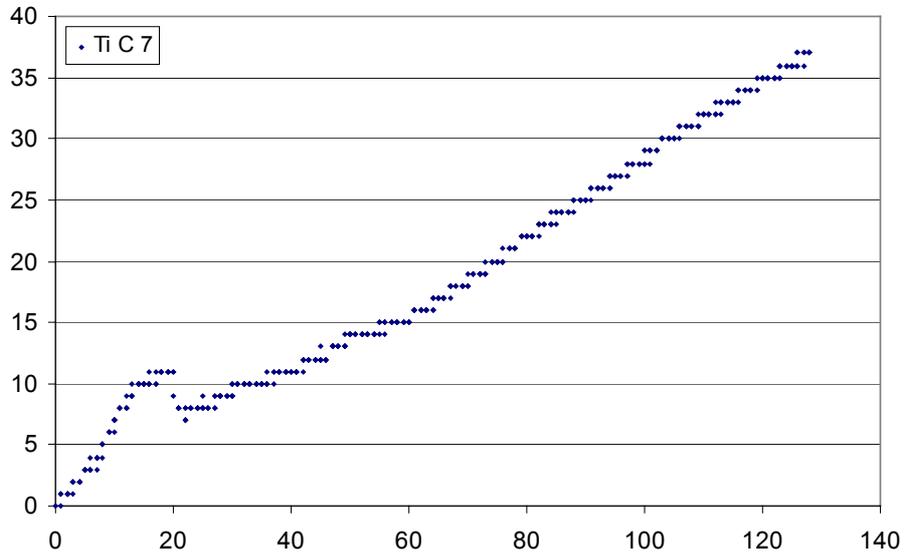


Figura 84: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm.) para la muestra 7 de la serie Ti 4 colado-cerámica.

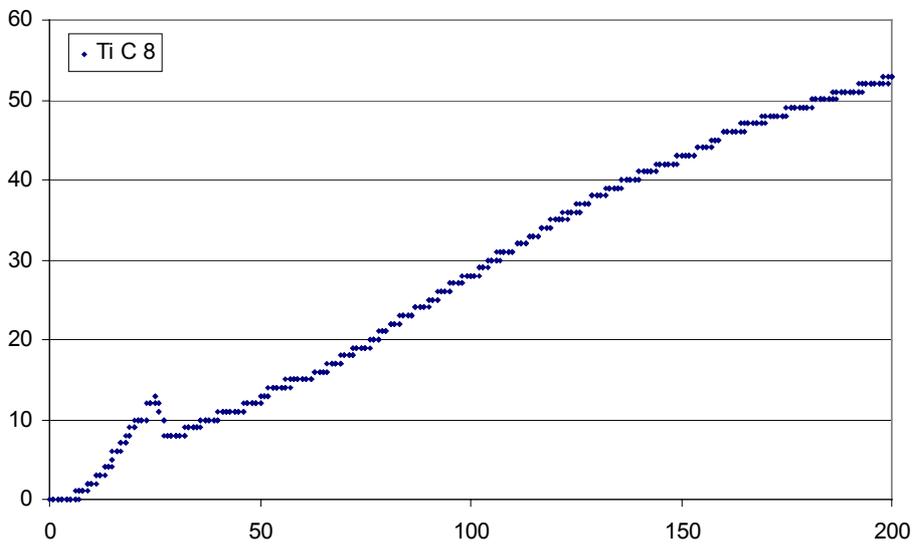


Figura 85: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm.) para la muestra 8 de la serie Ti 4 colado-cerámica.

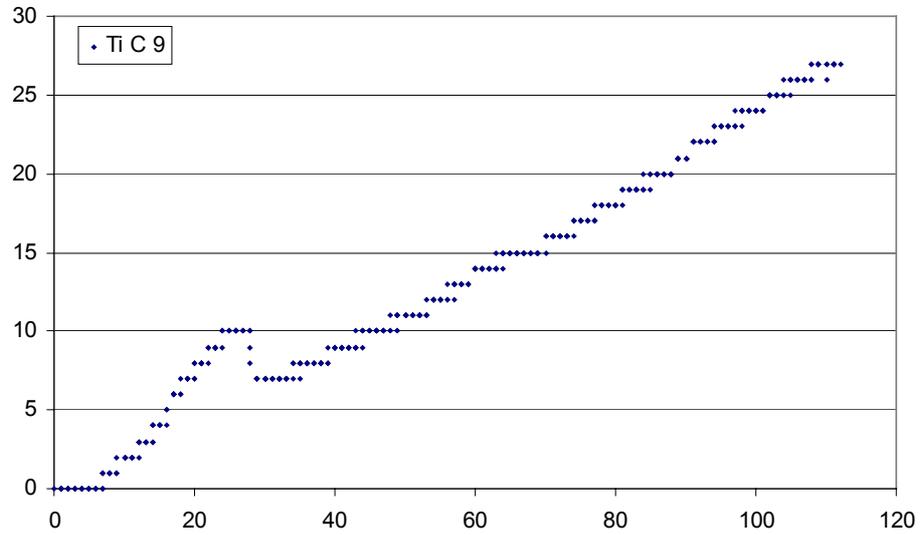


Figura 86: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm.) para la muestra 9 de la serie Ti 4 colado-cerámica.

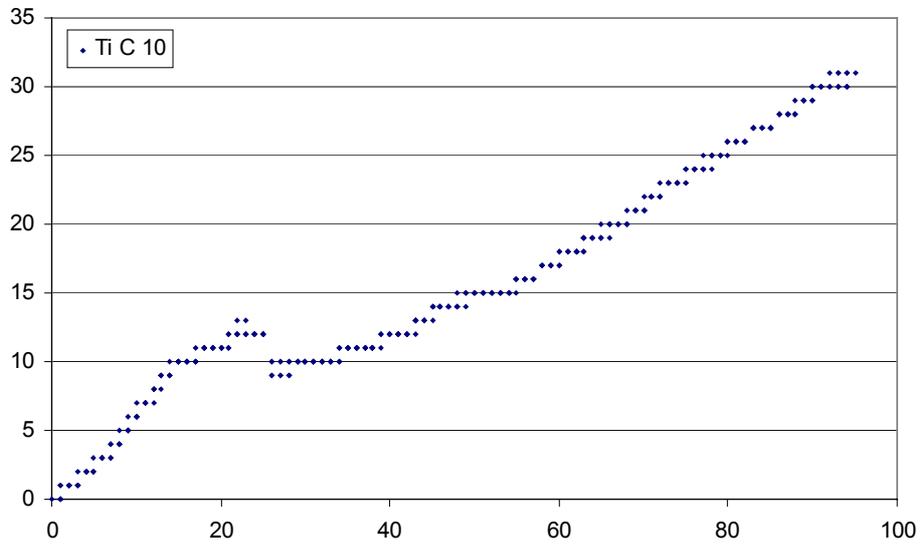


Figura 87: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm.) para la muestra 10 de la serie Ti 4 colado-cerámica.

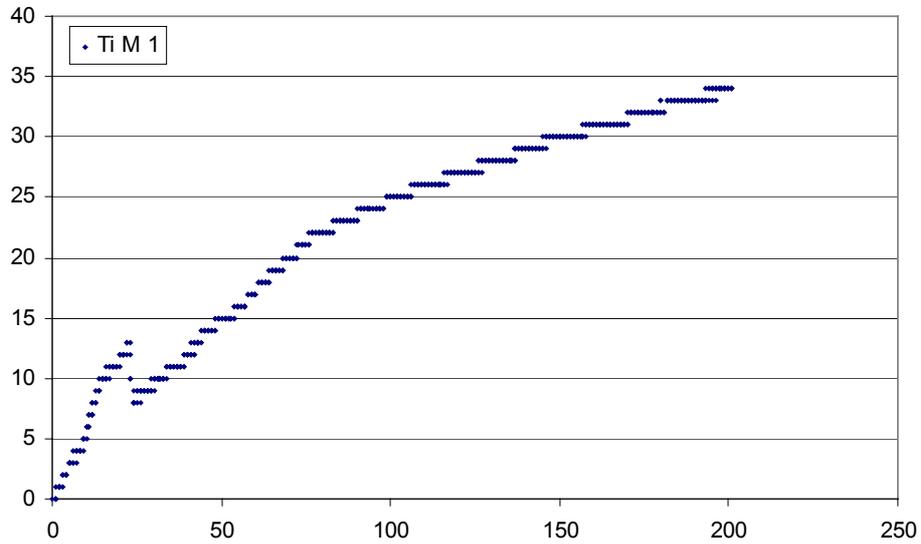


Figura 88: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm.) para la muestra 1 de la serie Ti 4 mecanizado-cerámica.

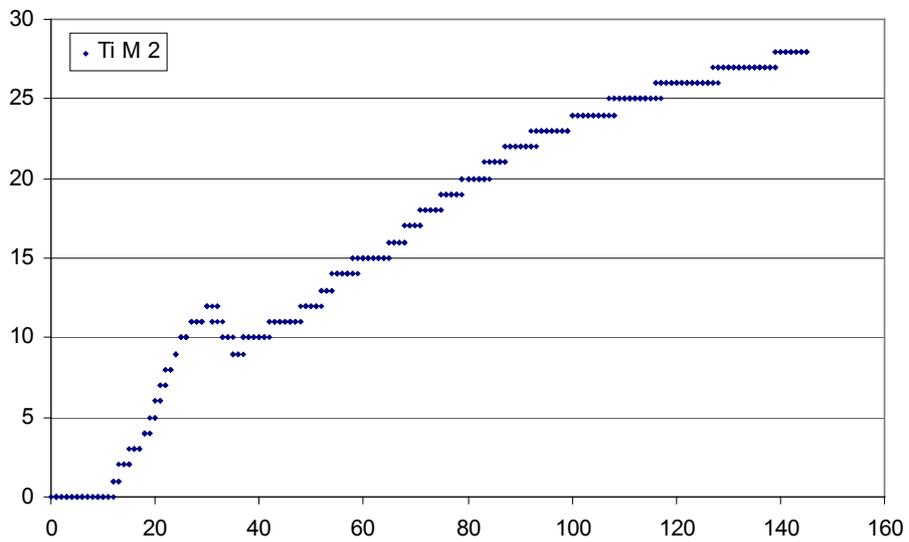


Figura 89: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm.) para la muestra 2 de la serie Ti 4 mecanizado-cerámica.

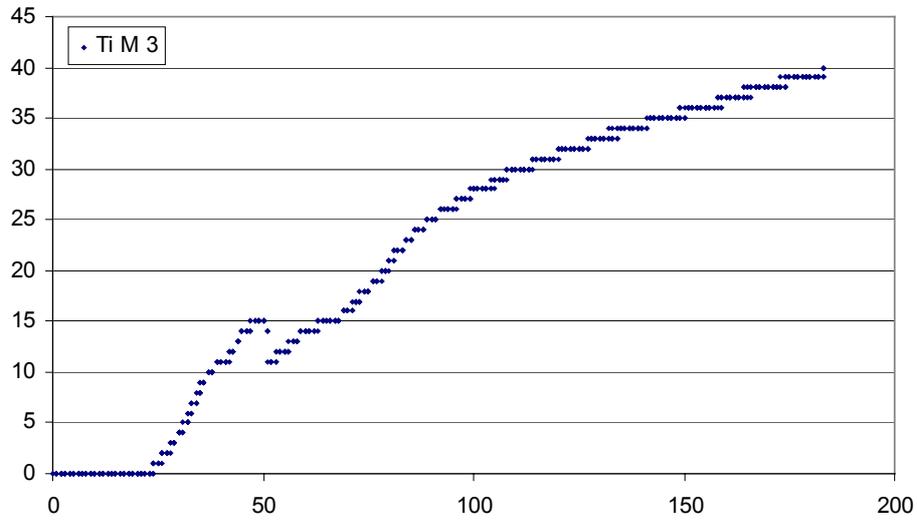


Figura 90: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm.) para la muestra 3 de la serie Ti 4 mecanizado-cerámica.

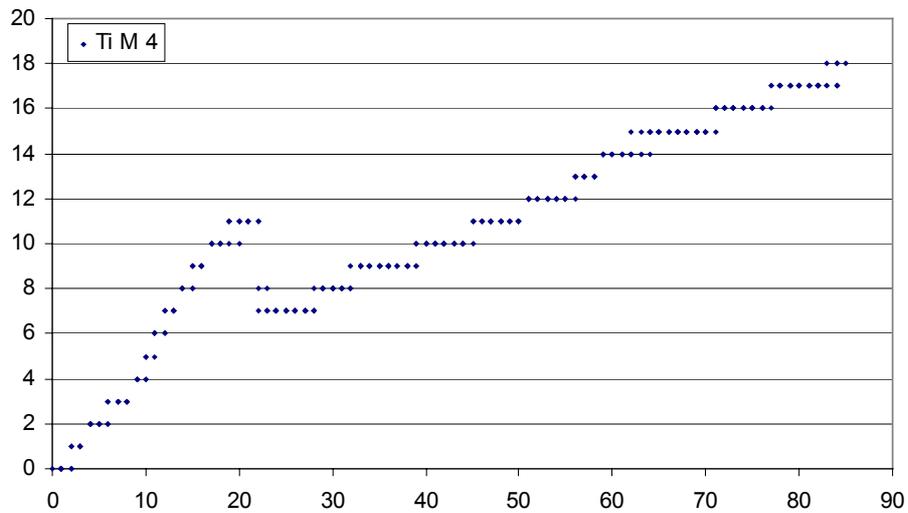


Figura 91: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm.) para la muestra 4 de la serie Ti 4 mecanizado-cerámica.

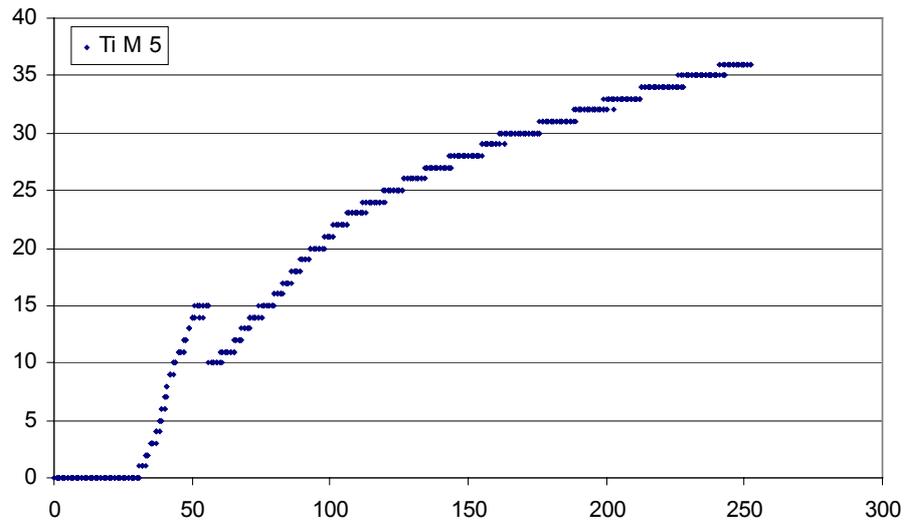


Figura 92: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm.) para la muestra 5 de la serie Ti 4 mecanizado-cerámica.

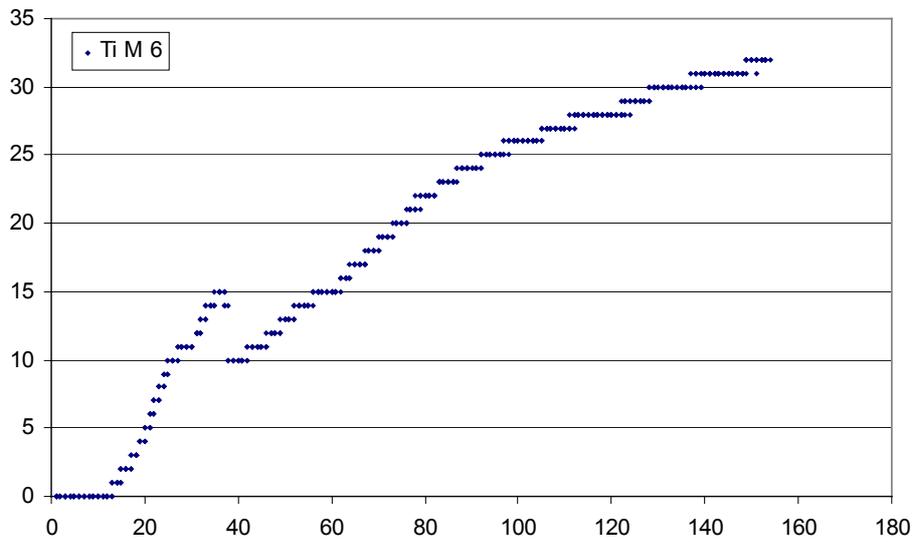


Figura 93: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm.) para la muestra 6 de la serie Ti 4 mecanizado-cerámica.

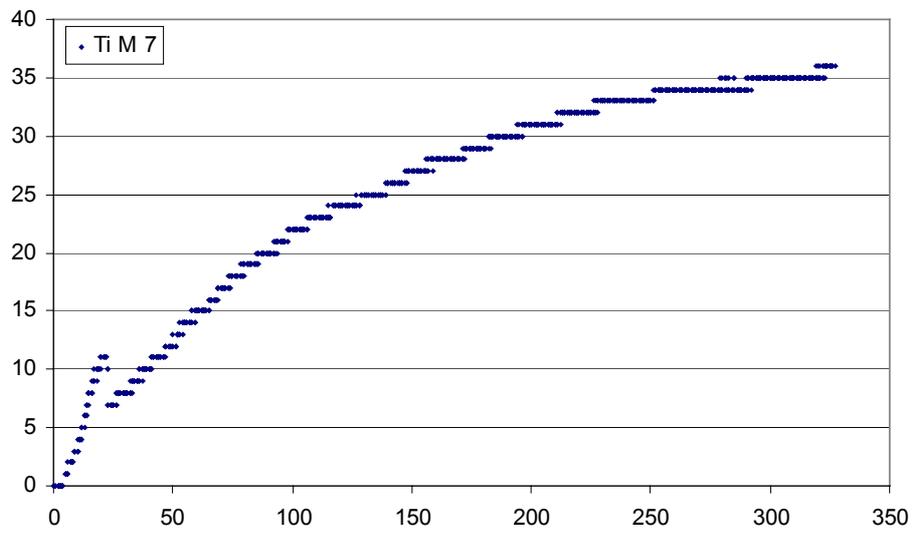


Figura 94: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm.) para la muestra 7 de la serie Ti 4 mecanizado-cerámica.

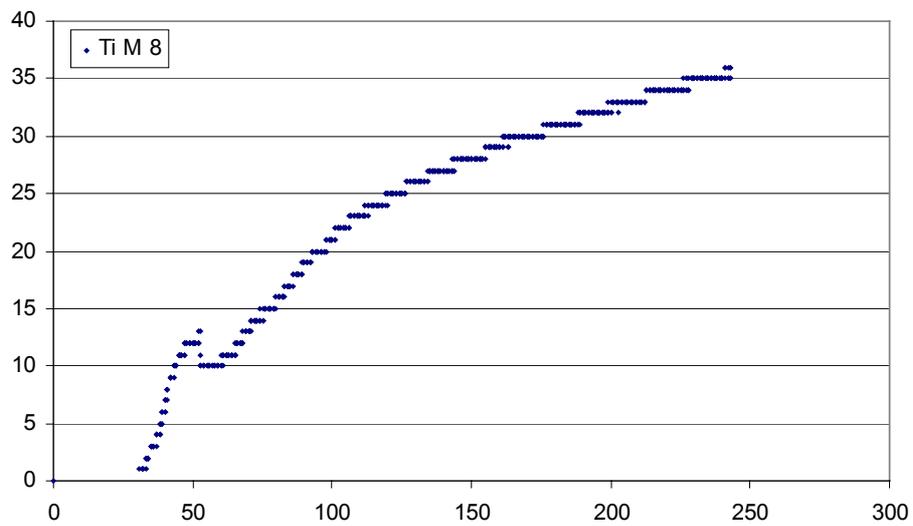


Figura 95: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm) para la muestra 8 de la serie Ti 4 mecanizado-cerámica.

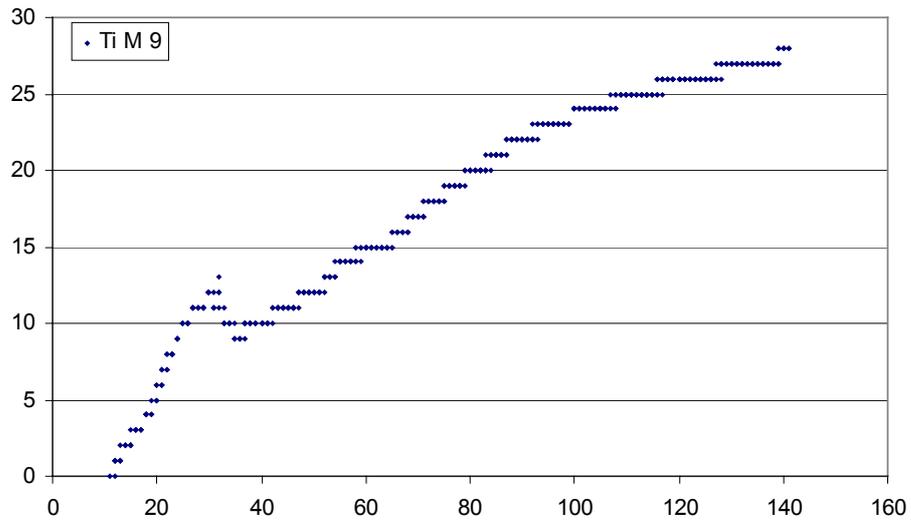


Figura 96: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10⁻² (mm.) para la muestra 9 de la serie Ti 4 mecanizado-cerámica.

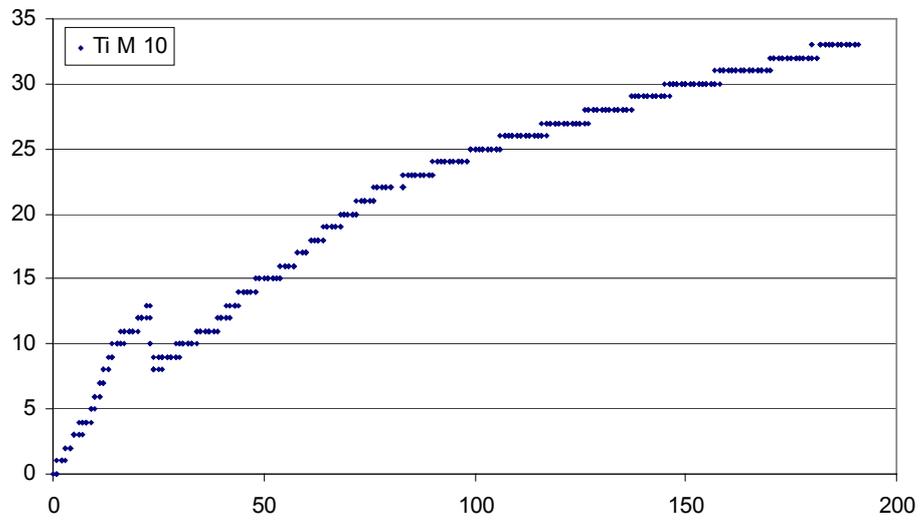


Figura 97: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10⁻² (mm.) para la muestra 10 de la serie Ti 4 mecanizado-cerámica.

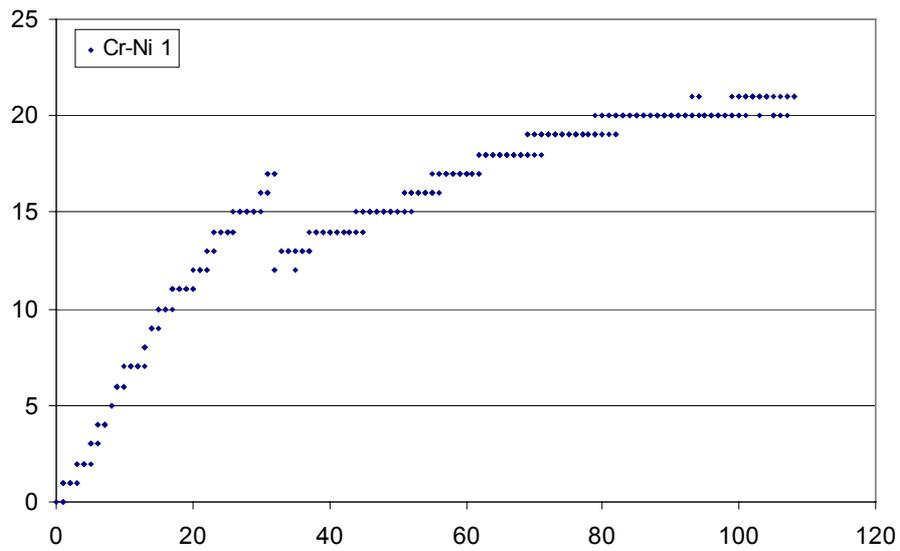


Figura 98: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10⁻² (mm.) para la muestra 1 de la serie Cr-Ni-cerámica.

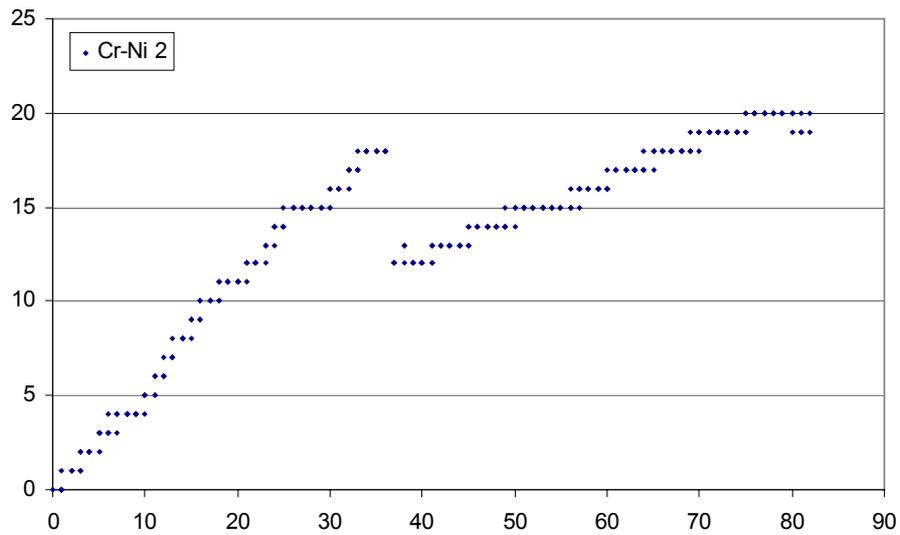


Figura 99: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10⁻² (mm.) para la muestra 2 de la serie Cr-Ni-cerámica.

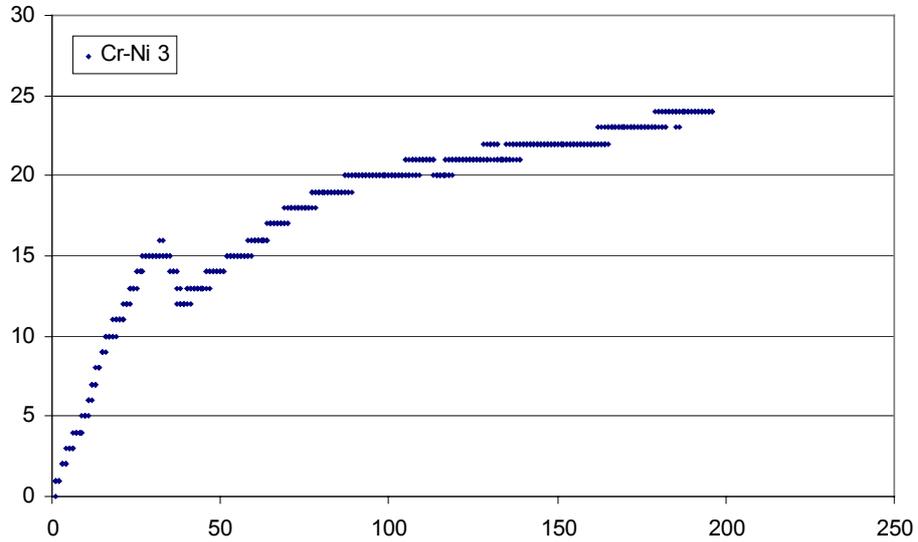


Figura 100: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm.) para la muestra 3 de la serie Cr-Ni-cerámica.

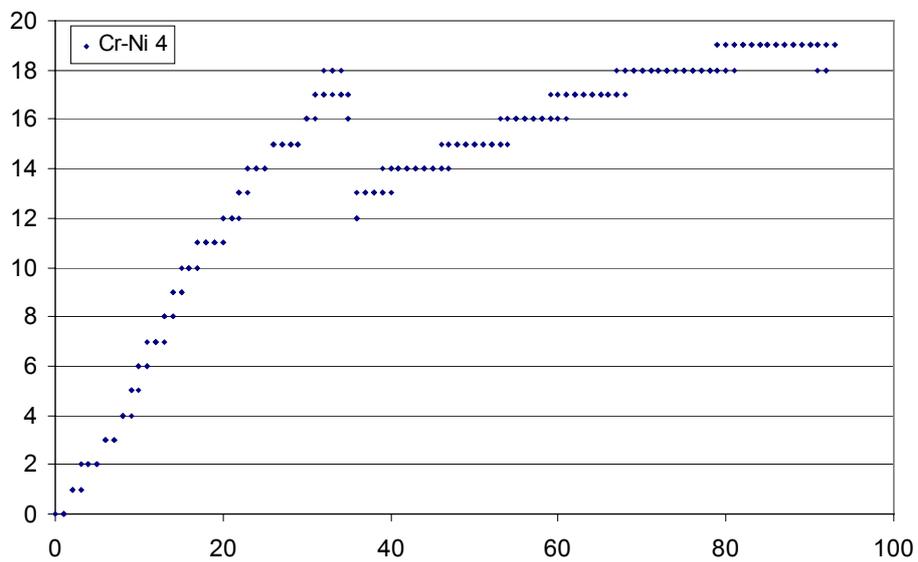


Figura 101: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm.) para la muestra 4 de la serie Cr-Ni-cerámica.

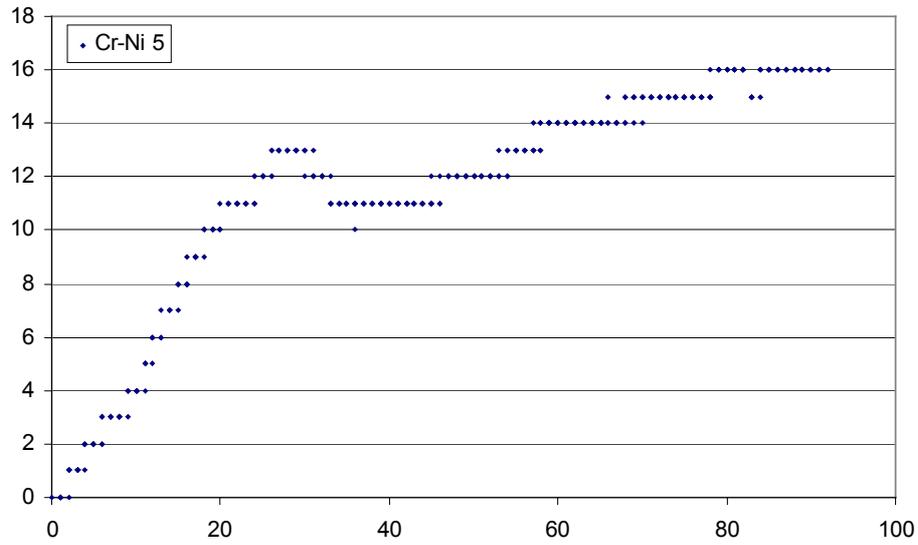


Figura 102: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm.) para la muestra 5 de la serie Cr-Ni-cerámica.

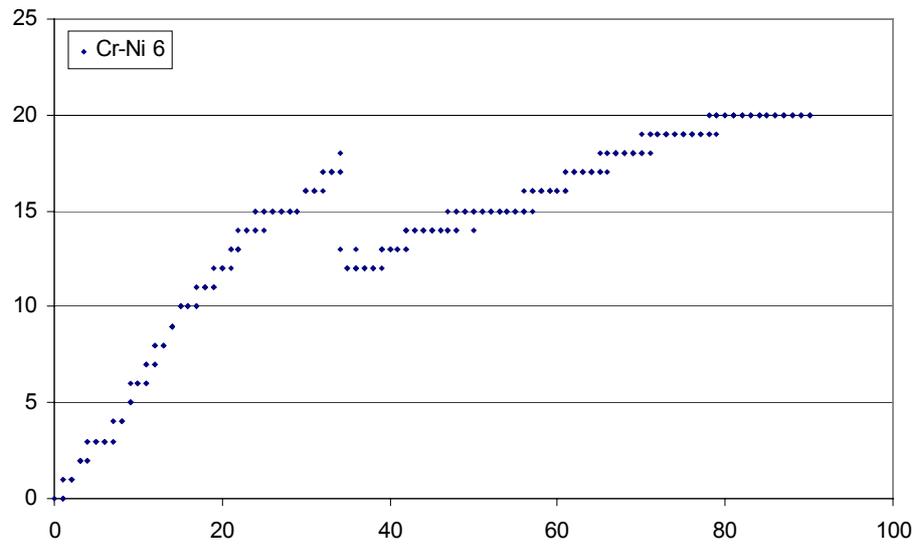


Figura 103: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm.) para la muestra 6 de la serie Cr-Ni-cerámica.

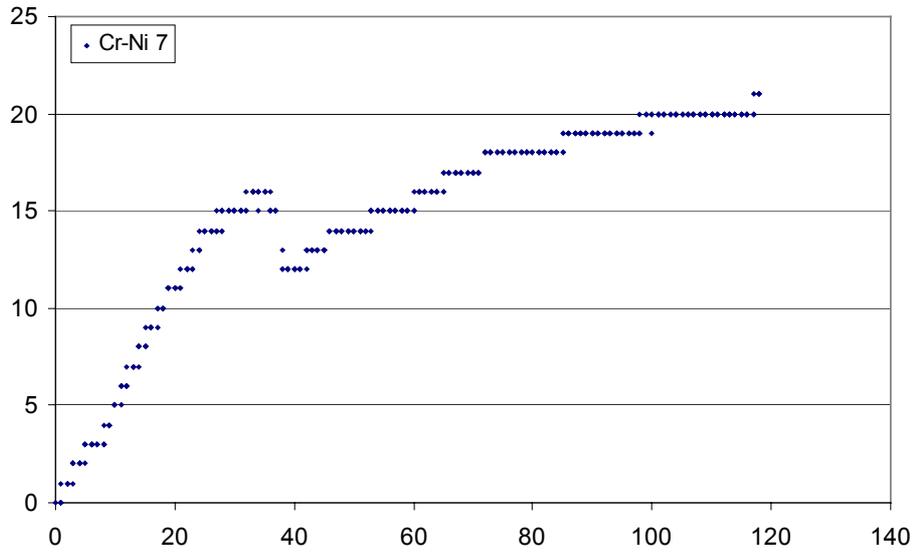


Figura 104: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10⁻² (mm.) para la muestra 7 de la serie Cr-Ni-cerámica.

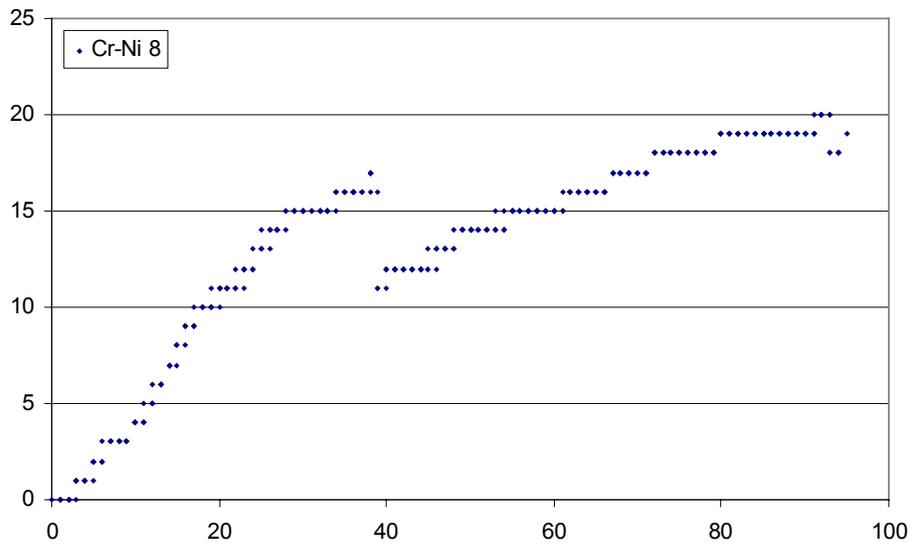


Figura 105: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10⁻² (mm.) para la muestra 8 de la serie Cr-Ni-cerámica.

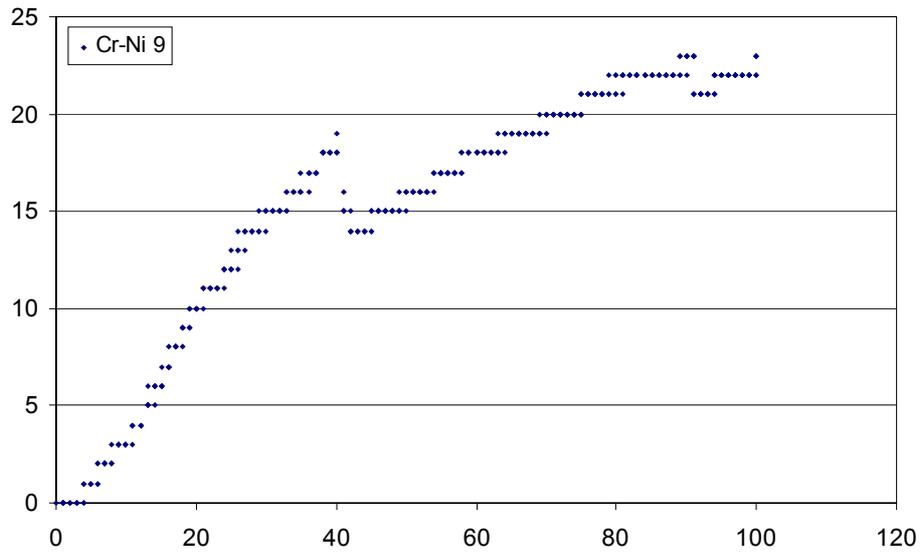


Figura 106: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm.) para la muestra 9 de la serie Cr-Ni-cerámica.

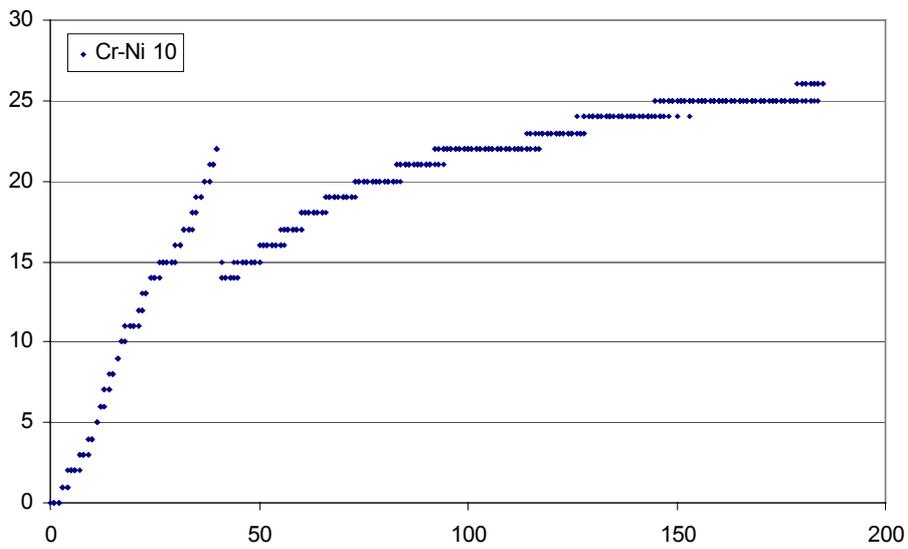


Figura 107: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm.) para la muestra 10 de la serie Cr-Ni-cerámica.

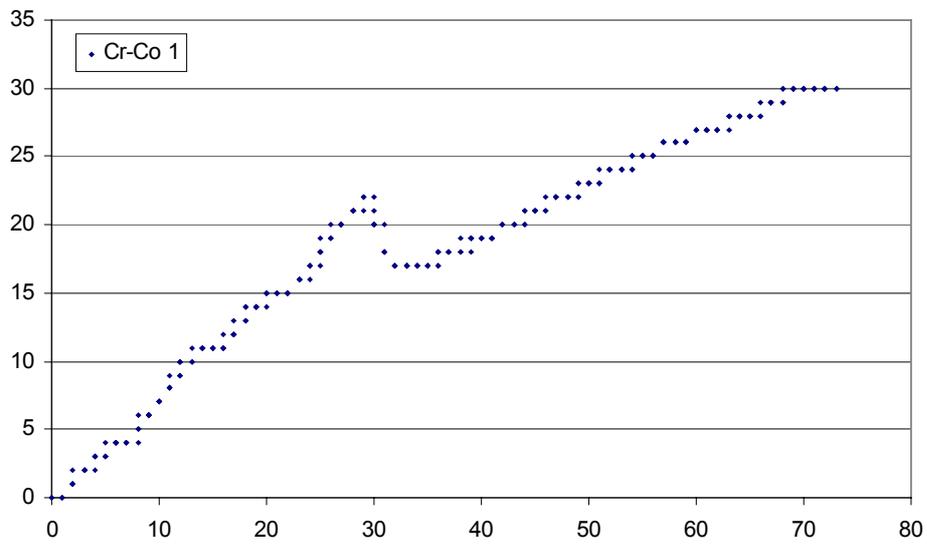


Figura 108: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm.) para la muestra 1 de la serie Cr-Co-cerámica.

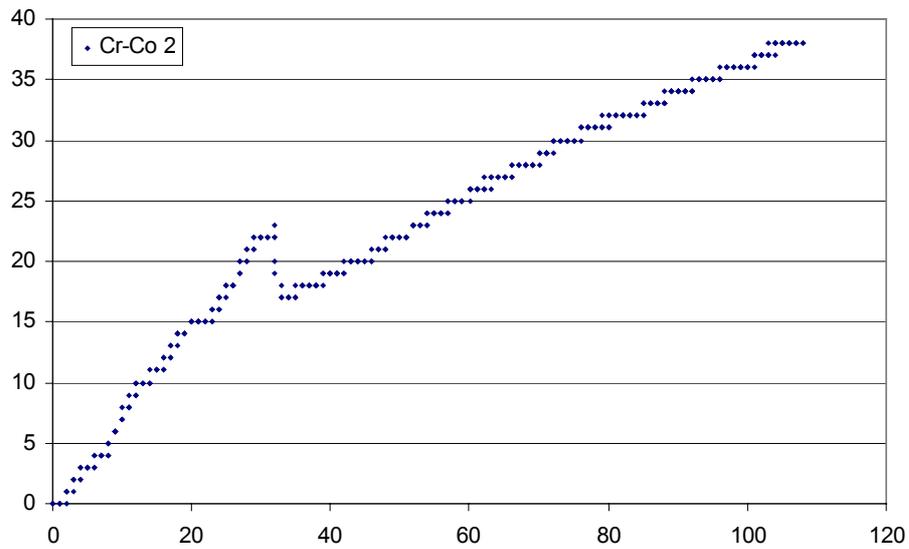


Figura 109: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm.) para la muestra 2 de la serie Cr-Co-cerámica.

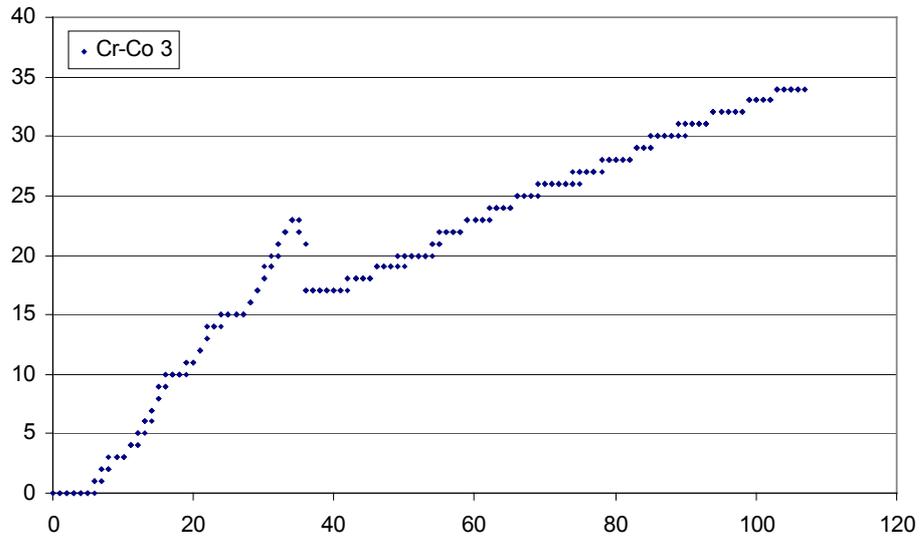


Figura 110: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm.) para la muestra 3 de la serie Cr-Co-cerámica.

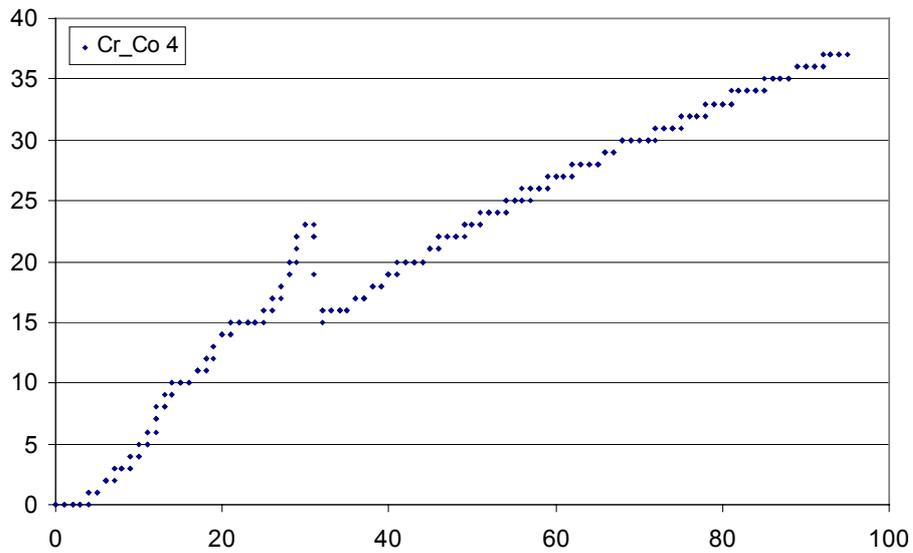


Figura 111: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm.) para la muestra 4 de la serie Cr-Co-cerámica.

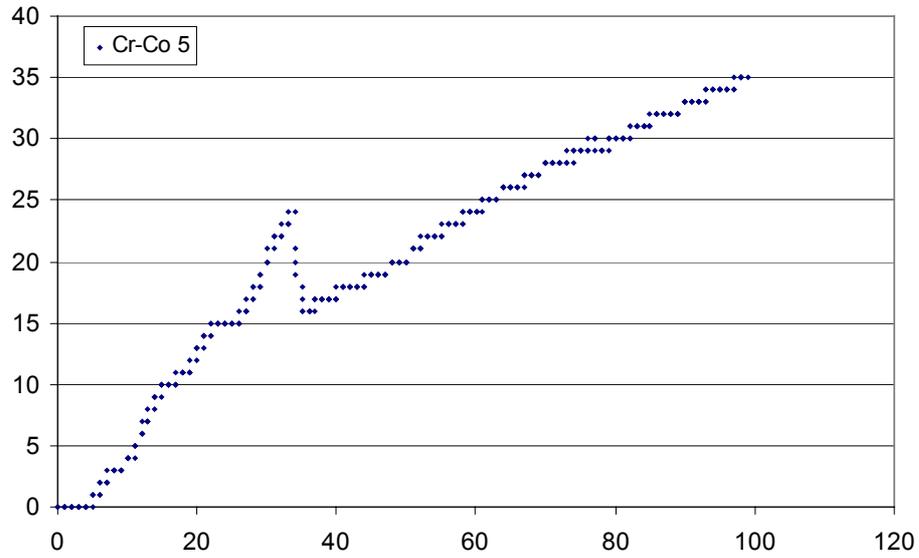


Figura 112: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm.) para la muestra 5 de la serie Cr-Co-cerámica.

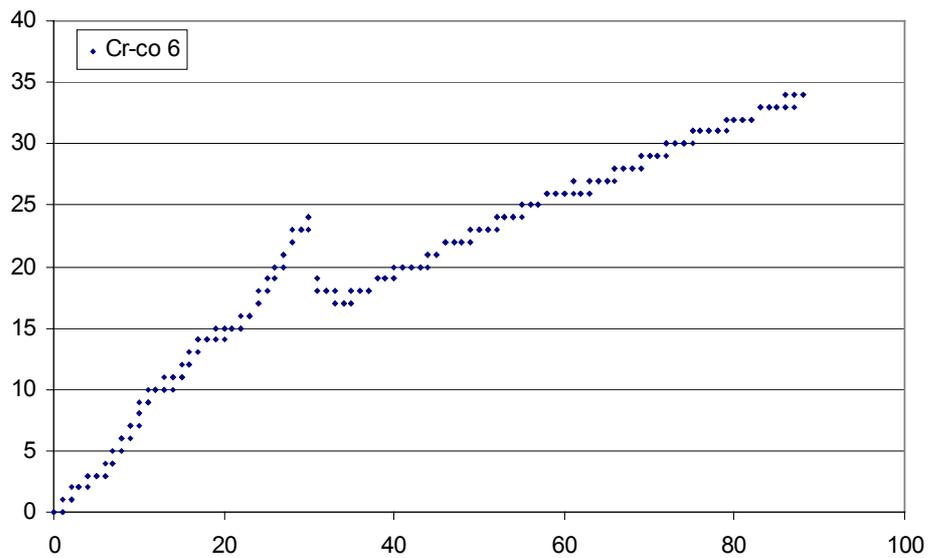


Figura 113: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm.) para la muestra 6 de la serie Cr-Co-cerámica.

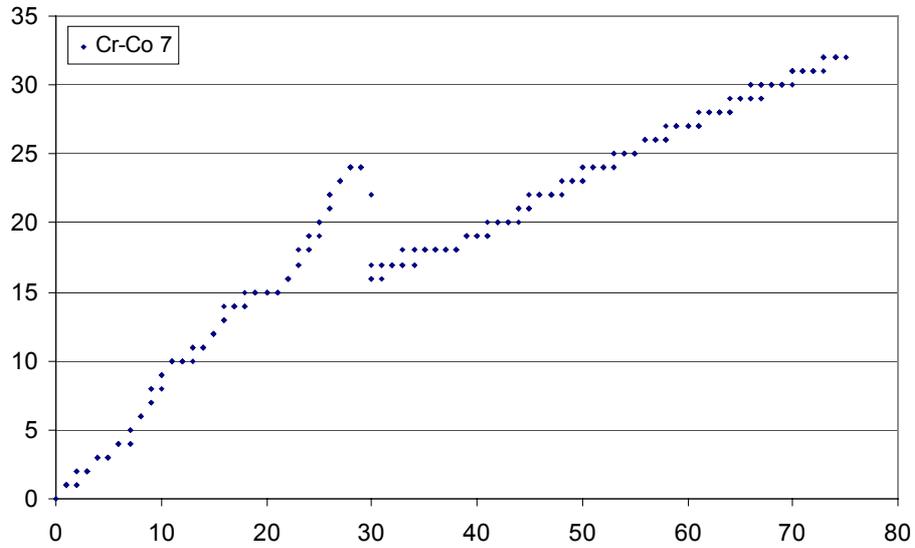


Figura 114: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm.) para la muestra 7 de la serie Cr-Co-cerámica.

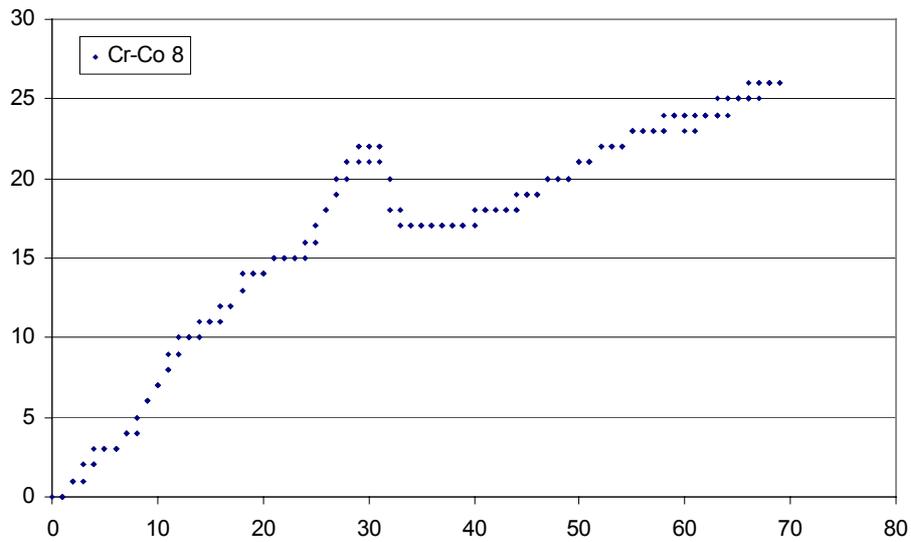


Figura 115: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm.) para la muestra 8 de la serie Cr-Co-cerámica.

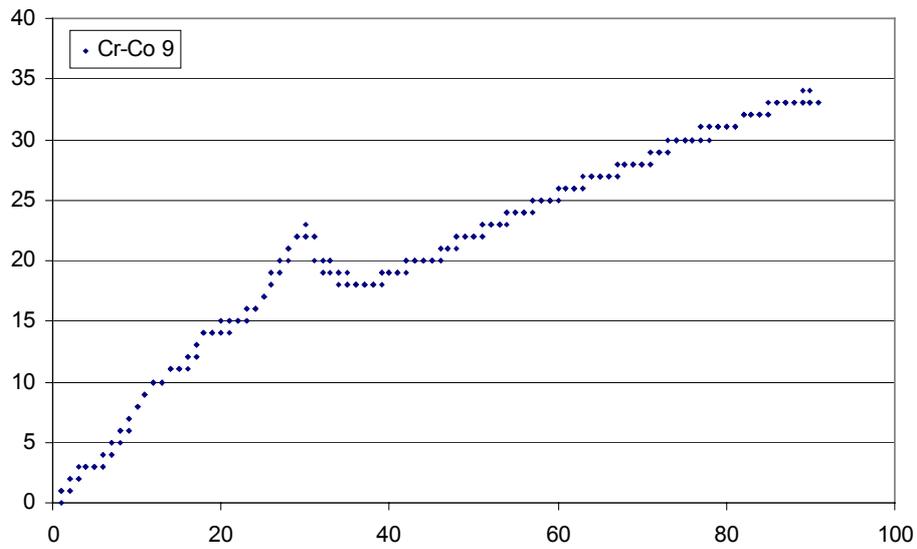


Figura 116: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm.) para la muestra 9 de la serie Cr-Co-cerámica.

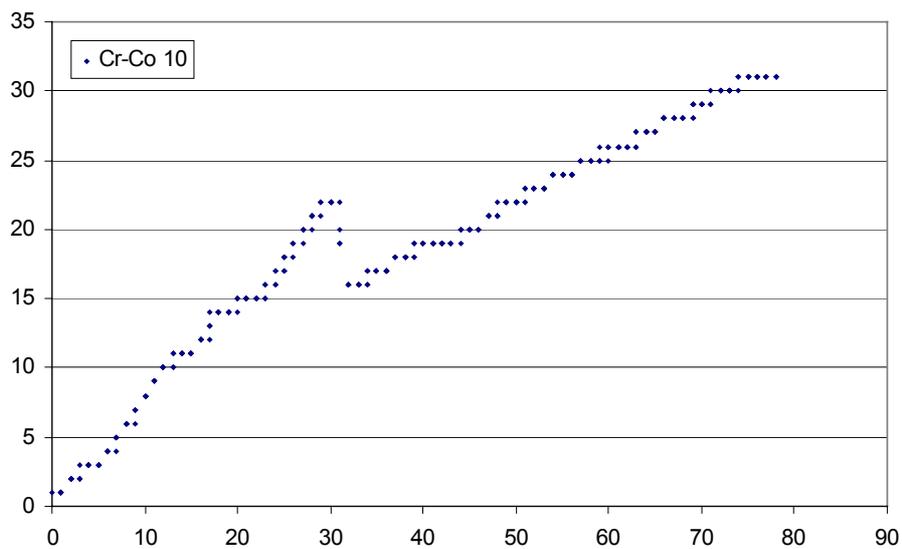


Figura 117: Gráfica carga (N) vs desplazamiento 10^{-2} (mm) para la muestra 10 de la serie Cr-Co-cerámica.

Se observa, en prácticamente todos los casos, que existe un pico en las gráficas de carga vs desplazamiento del cabezal cuya interpretación física es la fractura del recubrimiento cerámico respecto al substrato metálico cuando se realiza el ensayo de flexión por 3 puntos. Éste pequeño pico está provocado por el descenso de resistencia en la probeta cuando la cara inferior de la misma se somete a esfuerzos de tracción provocados por el ensayo de flexión y provocan el desprendimiento parcial de la cerámica.

El esfuerzo para vencer la adhesión en la interfaz entre el substrato metálico y el recubrimiento cerámico es menor que el esfuerzo necesario para romper el propio recubrimiento cerámico. Tal hecho tiene como resultado la creación de una nueva superficie justo en la interfaz entre el substrato metálico y el recubrimiento cerámico, provocada por la pérdida de adhesión.

La rigidez de la cerámica provoca una primera fase de desprendimiento repentino de la misma, lo cual se traduce en una disminución de la sección resistente a flexión y por tanto, se observa un descenso de la carga en la gráfica carga-desplazamiento.

En una segunda fase, predomina la resistencia del substrato metálico ya que el máximo esfuerzo admisible por la inter-cara entre la cerámica y el substrato metálico, ya se ha superado y únicamente se dispone de sección resistente metálica.

Finalmente, debido a la deformación producida por esfuerzos de tracción en la cara en que existe recubrimiento cerámico, éste se despegó y se desprende totalmente del sustrato.

Los resultados de carga de pérdida de adhesión y de desplazamiento del cabezal para esa carga se pueden consultar en la tabla 48.

Muestra	Serie			
	Ti4 colado	Ti4 mec.	Cr-Ni	Cr-Co
1	11 a 0,22	13 a 0,22	17 a 0,32	22 a 0,29
2	10 a 0,17	12 a 0,19	18 a 0,34	23 a 0,30
3	11 a 0,19	15 a 0,26	16 a 0,33	23 a 0,29
4	indeterminad	11 a 0,20	18 a 0,33	23 a 0,27
5	11 a 0,16	15 a 0,25	13 a 0,28	24 a 0,29
6	11 a 0,18	15 a 0,24	18 a 0,33	24 a 0,29
7	11 a 0,19	11 a 0,18	16 a 0,34	24 a 0,28
8	13 a 0,19	13 a 0,20	17 a 0,32	22 a 0,29
9	10 a 0,21	13 a 0,21	19 a 0,36	23 a 0,29
10	13 a 0,21	13 a 0,22	22 a 0,37	22 a 0,30
carga±desv	11,22±1,09	13,10±1,52	17,40±2,32	23,00±0,82
desplaz±desv	0,191±0,020	0,217±0,026	0,332±0,024	0,289±0,009

Tabla 48: *Carga de fractura [N] a desplazamiento del cabezal [mm.] para cada una de las cuatro series ensayadas.*

En la Figura 118 se grafican los valores medios de carga de fractura [N] frente a los valores medios de desplazamiento del cabezal [mm.] para cada una de las series ensayadas a partir de los valores obtenidos en la tabla 48. También se han graficado las

barras de error correspondientes a la desviación estándar tanto para carga de fractura como para desplazamiento del cabezal.

Carga fractura vs desplazamiento cabezal

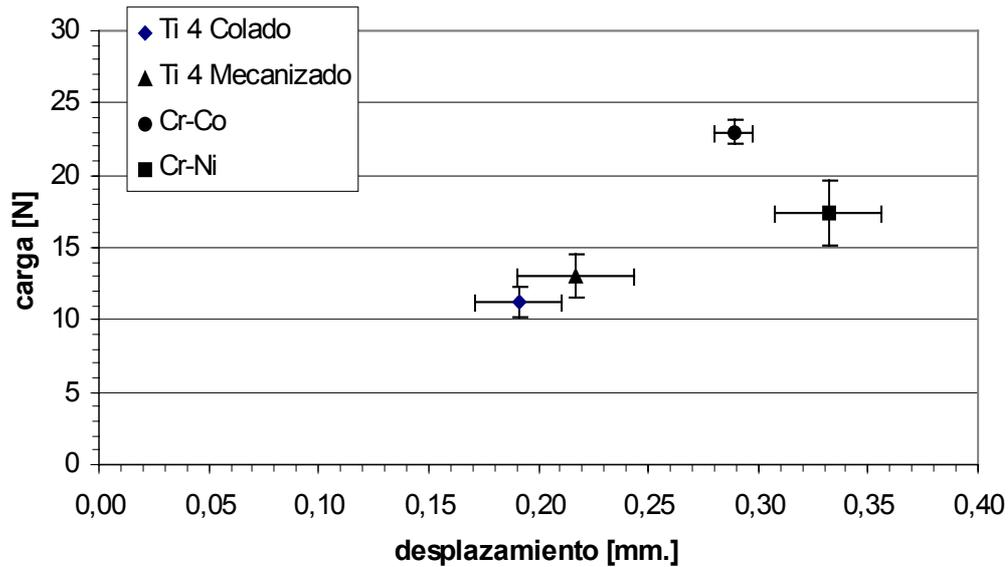


Figura 118: Cargas medias de fractura vs desplazamiento del cabezal en el momento de la fractura con errores estándar para cada una de las series ensayadas.

La resistencia a fractura se puede calcular mediante dos parámetros, Sigma (σ o S) o Thau (τ o T).

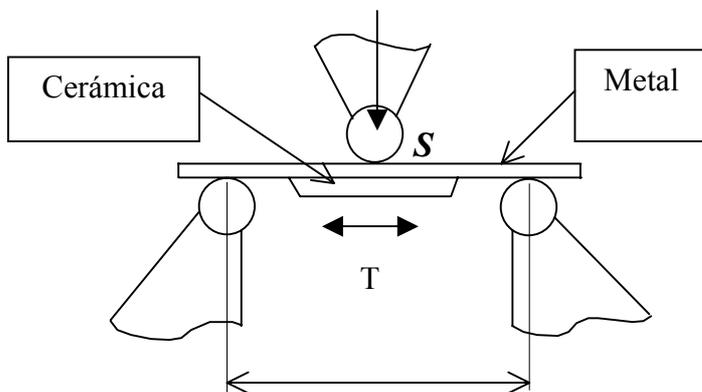


Figura 119: Esquema ilustrativo de las zona de tensión. Tensión de Compresión Sigma (S) y Tensión de Tracción Thau (T).

Sigma (S) es la Tensión aplicada, se produce en el punto de aplicación de la fuerza y es una tensión de compresión (Figura 119), se calcula a partir de las cargas de fractura y aplicando la fórmula de la ecuación ec.1

$$S = \frac{3 \cdot P \cdot L}{2 \cdot b \cdot d^2}$$

ec.1

Ésta ecuación indica la resistencia de una muestra de sección rectangular cuando es sometida a flexión por 3 puntos. Los parámetros que aparecen en ella:

P indica la carga de rotura en Newtons.

L indica la distancia de apoyo (*span*), que es de 20 mm. en todos los casos.

b indica el ancho de las muestras en mm.

d indica el espesor de las muestras en mm, incluyendo el sustrato metálico y el recubrimiento cerámico.

Con tales unidades, se obtiene un resultado de la resistencia S en MPa, tal y como se muestra la ecuación ec.2.

$$\left. \begin{aligned} S &= \frac{3 \cdot P \cdot L}{2 \cdot b \cdot d^2} \rightarrow [S] = \frac{[N] \cdot [mm]}{[mm] \cdot [mm^2]} = \frac{[N]}{[mm^2]} \\ \frac{N}{mm^2} \cdot \left(\frac{1000mm}{1m} \right)^2 &= 10^6 \frac{N}{m^2} \rightarrow 10^6 Pa \rightarrow MPa \end{aligned} \right\}$$

ec.2

Aplicando la ecuación ec.1 para los valores obtenidos de carga máxima de rotura por desprendimiento se obtienen unos resultados que se presentan en las tablas 49 a 52.

Resistencia a flexión S del recubrimiento cerámico para la serie Ti4 colado			
Ancho b (mm.)	Espesor d (mm.)	Carga máx.(N)	ec.1 (MPa)
5,40	1,70	11	21,15
5,00	1,60	10	23,44
5,20	1,70	11	21,96
5,30	1,70	indeterminada	-
5,40	1,60	11	23,87
5,10	1,60	11	25,28
4,70	1,70	11	24,30
5,00	1,60	13	30,47
4,90	1,60	10	23,92
5,10	1,60	13	29,87
Valor medio y desviación estándar			24,92±3,22

Tabla 49: Resistencia S para la serie Ti4 colado.

Resistencia a flexión S del recubrimiento cerámico para la serie Ti4 mec.			
Ancho b (mm.)	Espesor d (mm.)	Carga máx. (N)	ec.1 (MPa)
5,1	1,4	13	39,02
5,1	1,5	12	31,37
5,1	1,5	15	39,22
4,9	1,4	11	34,36
5,2	1,4	15	44,15
5,4	1,5	15	37,04
5,1	1,4	11	33,01
5,2	1,4	13	38,27
5,1	1,5	13	33,99
5,2	1,5	13	33,33
Valor medio y desviación estándar			36,38±3,87

Tabla 50: Resistencia S para la serie Ti4 mecanizado.

Resistencia a flexión S del recubrimiento cerámico para la serie Cr-Ni			
Ancho b (mm.)	Espesor d (mm.)	Carga máx.	ec.1 (MPa)
5,4	1,4	17	48,19
5,5	1,4	18	50,09
5,6	1,4	16	43,73
5,5	1,4	18	50,09
5,5	1,5	13	31,52
5,5	1,4	18	50,09
5,4	1,5	16	39,51
5,5	1,5	17	41,21
5,6	1,4	19	51,93
5,5	1,5	22	53,33
Valor medio y desviación estándar			46,76±8,14

Tabla 51: Resistencia S para la serie Cr-Ni.

Resistencia a flexión S del recubrimiento cerámico para la serie Cr-Co			
Ancho b (mm.)	Espesor d (mm.)	Carga máx. (N)	ec.1 (MPa)
5,5	1,5	22	53,33
5,2	1,6	23	51,83
5,5	1,5	23	55,76
5,6	1,6	23	48,13
5,5	1,5	24	58,18
5,5	1,5	24	58,18
5,6	1,5	24	57,14
5,5	1,5	22	53,33
5,5	1,5	23	55,76
5,4	1,5	22	54,32
Valor medio y desviación estándar			54,60±3,12

Tabla 52: Resistencia S para la serie Cr-Co.

Puede observarse la disparidad de resultados para resistencia a flexión dentro de cada serie. Para la correcta interpretación de la aplicación de la ecuación ec.1 en el caso que se trata, debe tenerse en cuenta que:

- Al principio del ensayo, existen dos materiales que forman la sección resistente, bien definidos y delimitados por una interfaz, por lo que se trata de un material compuesto.
- Se escoge la carga de creación de superficie de fractura en la interfaz substrato-cerámica que corresponde al comienzo del desprendimiento de la cerámica.
- El resultado de la ecuación ec.1 indica la resistencia final de una probeta a flexión por 3 puntos. La carga P introducida en la fórmula corresponde a la carga de rotura de tal probeta. En nuestro caso, se aproximó tal rotura a la carga necesaria para comenzar a desprender el recubrimiento cerámico del substrato metálico en MPa.

Thau (T) es la tensión de cizallamiento, que se produce en la superficie opuesta a la de aplicación de la fuerza, es una tensión de tracción y es la que provoca la rotura o despegamiento de los materiales. Dicho de otra manera, T representa la resistencia al despegamiento o fractura por tensión de tracción. Es la tensión que se debe calcular según la Norma EN ISO 9693:1999 y es la que permitió comparar los resultados obtenidos con los de otros autores.

La resistencia al despegamiento T se calculó según la ecuación:

$$T = k \cdot F_{\text{fáil}}$$

$F_{\text{fáil}}$ es la carga de rotura.

k es un coeficiente que varía según las propiedades del sustrato metálico y que se calcula mediante un diagrama en función del espesor del metal (d_M) y del módulo de young E_M del material metálico. (Figura 120)

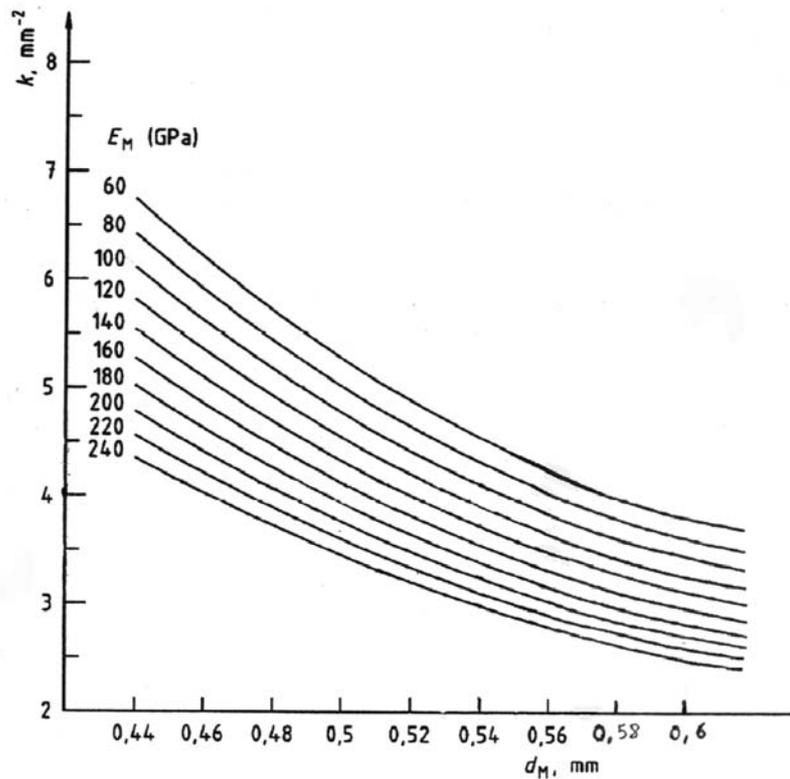


Figura 120: Diagrama para determinar el coeficiente k en función del espesor del sustrato metálico d_M y del módulo de Young E_M del material metálico.

Los valores de resistencia a la flexión T se muestran en las tablas 53 a 56.

Resistencia a flexión T del recubrimiento cerámico para la serie Ti4 colado				
Muestra	Espesor metal	Coefficiente k	Carga máx.(N)	Resistencia T (MPa)
1	0,6	3,5	11	38,5
2	0,5	4,8	10	48
3	0,6	3,5	11	38,5
4	0,6	3,5	indeterminada	
5	0,5	4,8	11	52,8
6	0,5	4,8	11	52,8
7	0,6	3,5	11	38,5
8	0,5	4,8	13	62,4
9	0,5	4,8	10	48
10	0,5	4,8	13	62,4
media	0,54		11,22±1,09	49,1±9,49

Tabla 53: *Resistencia Thau para la serie Ti4 colado.*

Resistencia a flexión T del recubrimiento cerámico para la serie Ti4 mec.				
Muestra	Espesor metal	Coefficiente k	Carga máx.	Resistencia T (MPa)
1	0,5	4,8	13	62,4
2	0,6	3,5	12	42
3	0,6	3,5	15	52,5
4	0,5	4,8	11	52,8
5	0,5	4,8	15	72
6	0,6	3,5	15	52,5
7	0,5	4,8	11	52,8
8	0,5	4,8	13	62,4
9	0,6	3,5	13	45,5
10	0,6	3,5	13	45,5
media	0,55		13,10±1,52	54,04±9,19

Tabla 54: *Resistencia Thau para la serie Ti-mecanizado.*

Resistencia a flexión T del recubrimiento cerámico para la serie Cr-Ni				
Muestra	Espesor metal	Coefficiente k	Carga máx. (N)	Resistencia T
1	0,5	3,7	17	62,9
2	0,5	3,7	18	66,6
3	0,5	3,7	16	59,2
4	0,5	3,7	18	66,6
5	0,6	2,7	13	35,1
6	0,5	3,7	18	66,6
7	0,6	2,7	16	43,2
8	0,6	2,7	17	45,9
9	0,5	3,7	19	70,3
10	0,5	3,7	22	81,4
media	0.53		17,40±2,32	59,78±14,15

Tabla 55: Resistencia Thau para la serie Cr-Ni.

Resistencia a flexión T del recubrimiento cerámico para la serie Cr-Co				
Muestra	Espesor metal	Coefficiente k	Carga máx.	Resistencia T (MPa)
1	0,5	3,55	22	78,1
2	0,6	2,1	23	48,3
3	0,5	3,55	23	81,65
4	0,6	2,1	23	48,3
5	0,5	3,55	24	85,2
6	0,5	3,55	24	85,2
7	0,5	3,55	24	85,2
8	0,5	3,55	22	78,1
9	0,5	3,55	23	81,65
10	0,5	3,55	22	78,1
media	0,52		23,00±0,82	74,98±14,35

Tabla 56: Resistencia Thau para la serie Cr-Co.

Los valores medios obtenidos en las mediciones de la dureza, para cada una de las series se muestran en la tabla 57. En la Figura 121 se grafican tales resultados.

En dicha tabla 57 se indica, además, el número de la muestra que se utilizó para realizar los ensayos de dureza.

Valores de dureza Vickers HV [kg/mm ²]			
Ti4 colado (1)	Ti4 mecan. (7)	Cr-Ni (3)	Cr-Co (5)
221,3	264,7	293,8	511,7
266,9	274,8	304	468
263,1	260,6	357,7	476,2
239,5	272,1	377,4	532,7
239,2	254,9	269,2	419,3
234,9	251,6	270,4	388,4
232,5	234,1	277,1	445,7
245,3	240,6	346,6	481,6
254,3	218,6	382,3	565,8
251,0	246,1	369,9	564,8
244,80±14,20	251,81±17,54	324,84±46,41	485,42±59,12

Tabla 57: Mediciones individuales, valores medios y desviación estándar de dureza Vickers HV [kg/mm.²] para cada una de las series ensayadas.

dureza Vickers HV [kg/mm²] de los substratos

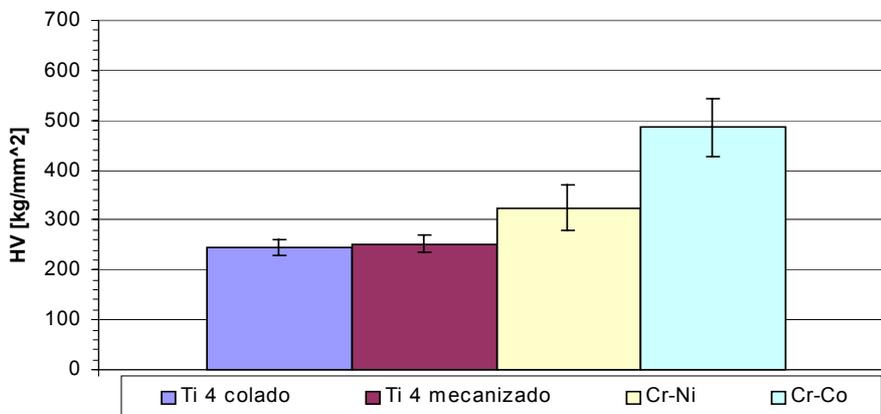


Figura 121: Valores medios de dureza y desviación estándar para cada una de las series ensayadas.

Los valores medios obtenidos en los ensayos de rugosidad para cada una de las series se muestran en la tabla 58, donde también se indica el número de muestra de cada serie utilizado. En la Figuras 122 a 125 se grafican tales resultados.

Valores medios de los parámetros de rugosidad [10^{-6} mm.]				
	Ti4 colado (8)	Ti4 mecanizado (4)	Cr-Ni (3)	Cr-Co (9)
Ra	1,40±0,30	1,34±0,19	1,70±0,16	1,65±0,24
Ry	8,87±1,15	7,17±1,27	10,54±1,12	10,71±2,25
Rq	1,76±0,35	1,66±0,26	2,17±0,20	2,11±0,38
Rz	5,90±0,57	3,42±0,78	5,76±0,55	6,38±0,35

Tabla 58: Valores medios y desviación estándar de los parámetros de rugosidad Ra, Ry, Rq y Rz para cada serie ensayada.

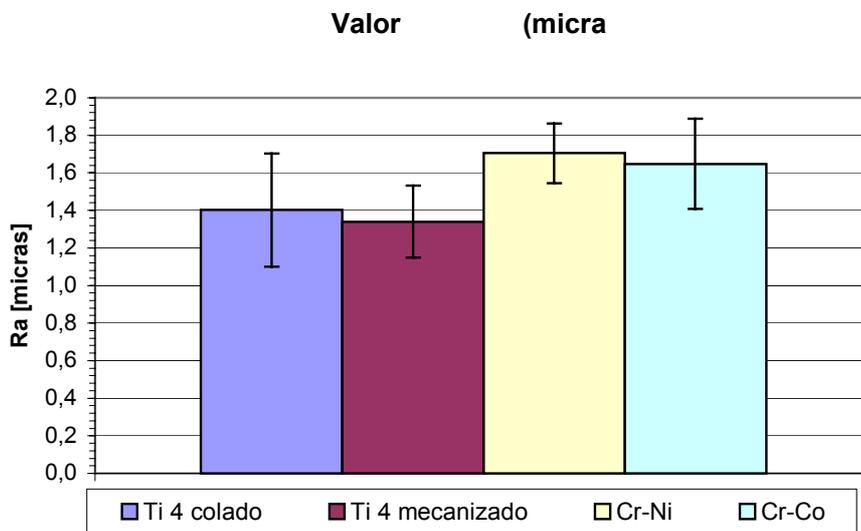


Figura 122: Resultados de Ra medio y desviación estándar.

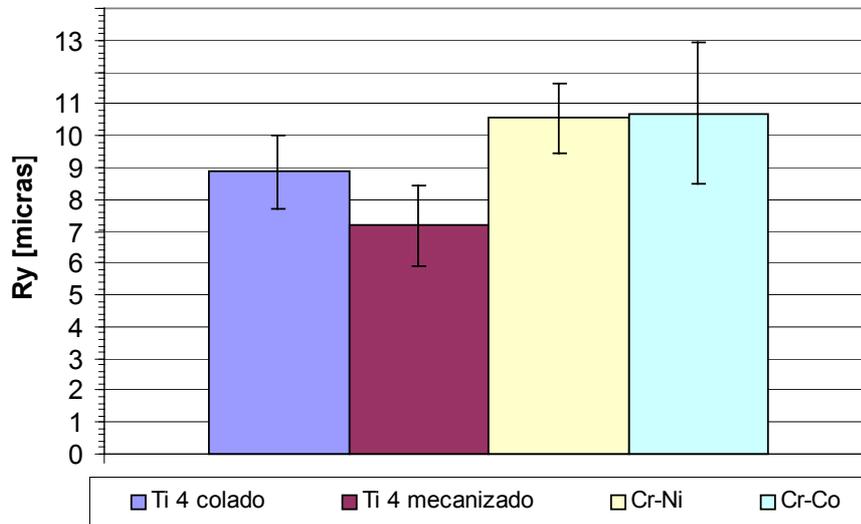


Figura 123: Resultados de Ry medio y desviación estándar.

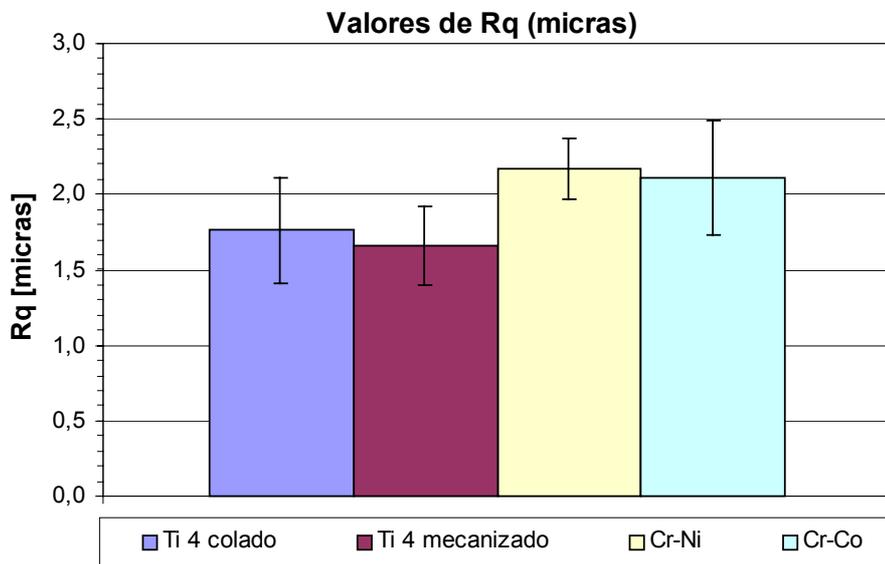


Figura 124: Resultados de Rq medio y desviación estándar.

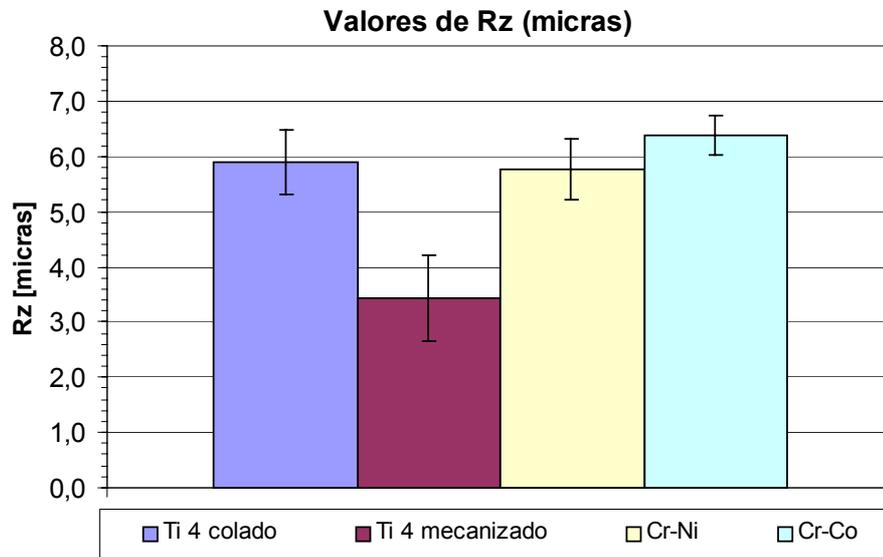


Figura 125: Resultados de Rz medio y desviación estándar.

Las fracturas obtenidas en el ensayo se muestran en la Figura 126. Se observa como tanto para el titanio colado como mecanizado existen unas líneas paralelas entre si y a la línea de tensión aplicada sobre ellas, y corresponden a restos de metal que han quedado adheridos a la cerámica y a restos de cerámica que han quedado adheridos al metal.

En las Figuras 127 y 128 se observan las líneas con mayor detalle, corresponden a restos de adhesivo adherido al metal en el caso del sustrato metálico, y en el caso del sustrato cerámico, corresponden a zonas donde no hay adhesivo, el resto de superficie aparece cubierta por metal que ha quedado adherido a la cerámica. Esas líneas indican una similitud muy importante entre la capacidad de adherencia del adhesivo tanto al metal como al opaquer de la cerámica.



Figura 126: Imagen de una muestra de cada una de las series después del ensayo de flexión en tres puntos. De izquierda a derecha: Ti-colado, Ti-mecanizado, Cr-Ni y Cr-Co.



Figura 127: Microfotografía de una muestra de Titanio colado.

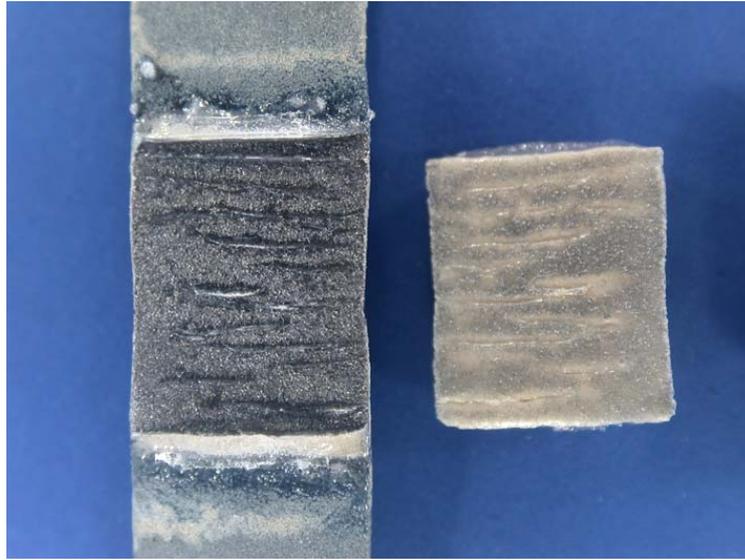


Figura 128: *Microfotografía de una muestra de Titanio mecanizado.*

Las fracturas en las muestras de Cr-Ni y Cr-Co son de tipo adhesivo en la mayor parte de la zona de recubrimiento cerámico y de tipo cohesivo en el cuerpo de la cerámica en los extremos de la zona de recubrimiento, que es la zona de menor concentración de tensiones cuando se produce la deformación del metal por la compresión.

Las fracturas en el Titanio colado y mecanizado son muy distintas respecto al Cr-Ni y Cr-Co, se observan áreas alternativas, en forma de estrías, con fracturas adhesivas. Fracturas de tipo adhesivo entre el metal y el adhesivo o bien entre el adhesivo y la cerámica.

Las grietas observadas están provocadas por los esfuerzos de tracción inherentes a un ensayo de flexión y se observan a través del microscopio electrónico en las Figuras 129 y 130.

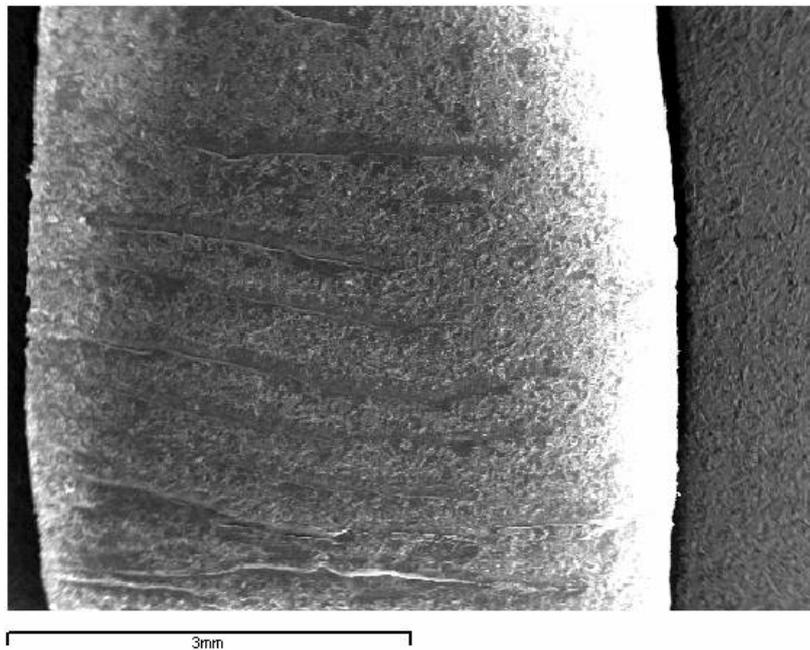
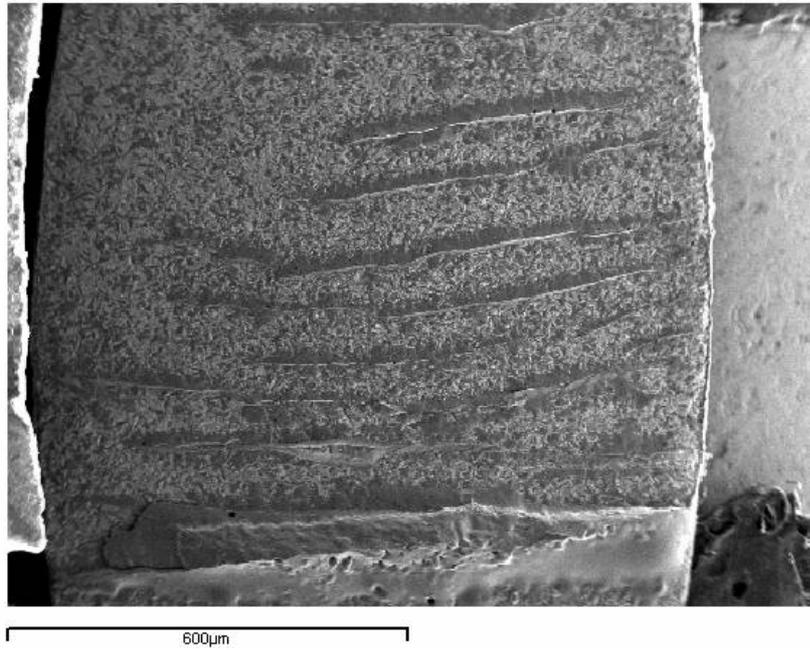


Figura 130: *Micrografía de la superficie de fractura en el recubrimiento cerámico del sustrato Ti4 mecanizado.*

Los resultados de la observación microscópica se comentan a continuación. Las muestras se cubrieron con una capa de oro para hacer las muestras conductoras. (Figura 131)

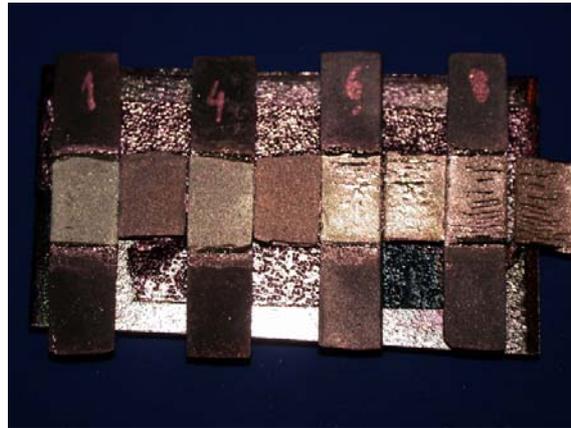


Figura 131: De izquierda a derecha: Cr-Co, Cr-Ni, Ti-colado y Ti-mecanizado.

En las Figuras 132 a 139 se muestran las micrografías de las superficies de fractura para cada una de las muestras observadas.

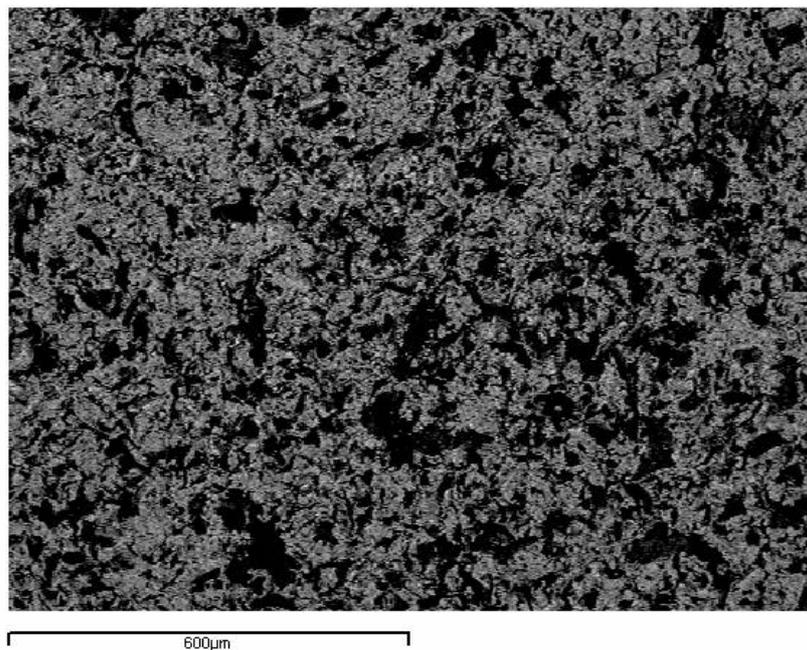


Figura 132: Superficie del sustrato metálico Cr-Co.

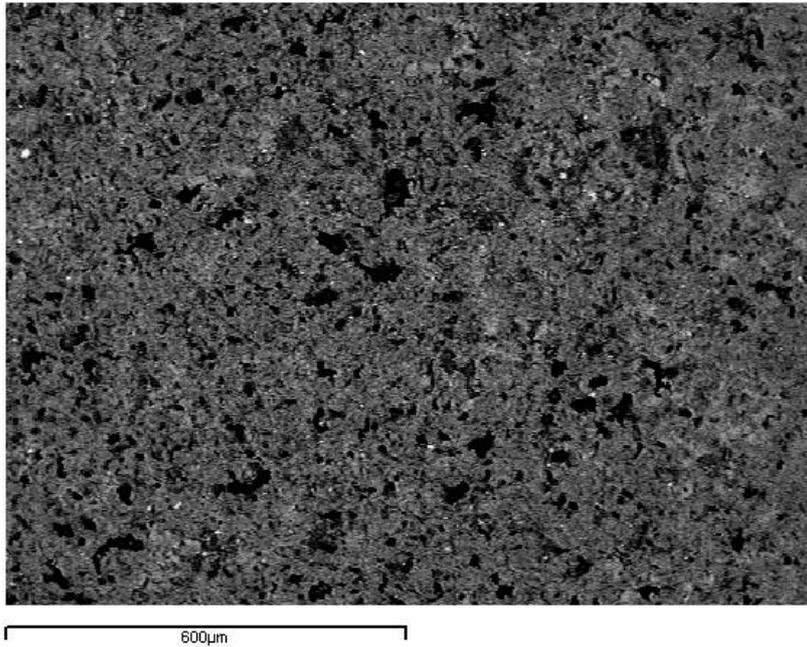


Figura 133: *Superficie del recubrimiento cerámico adherido al sustrato Cr-Co.*

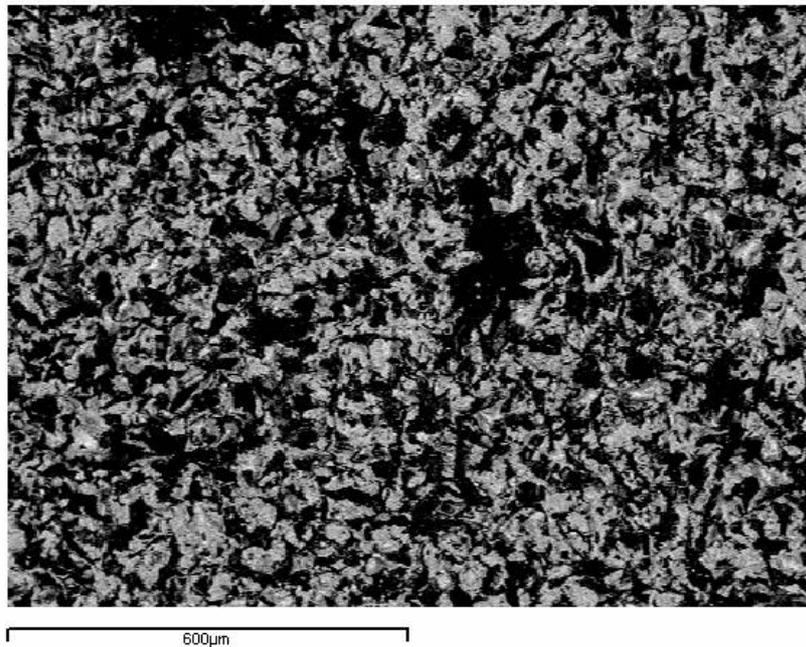


Figura 134: *Superficie del sustrato metálico Cr-Ni.*

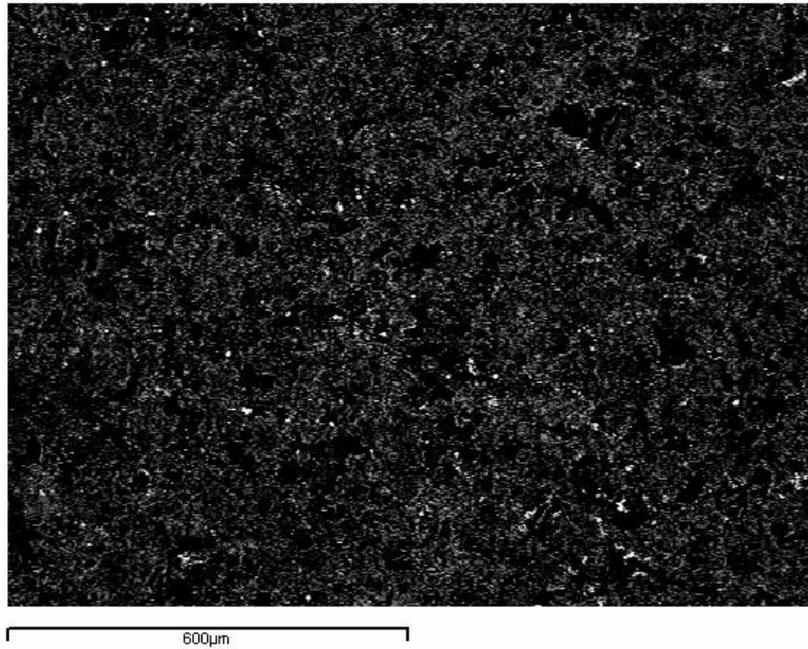


Figura 135: *Superficie del recubrimiento cerámico adherido al sustrato Cr-Ni.*

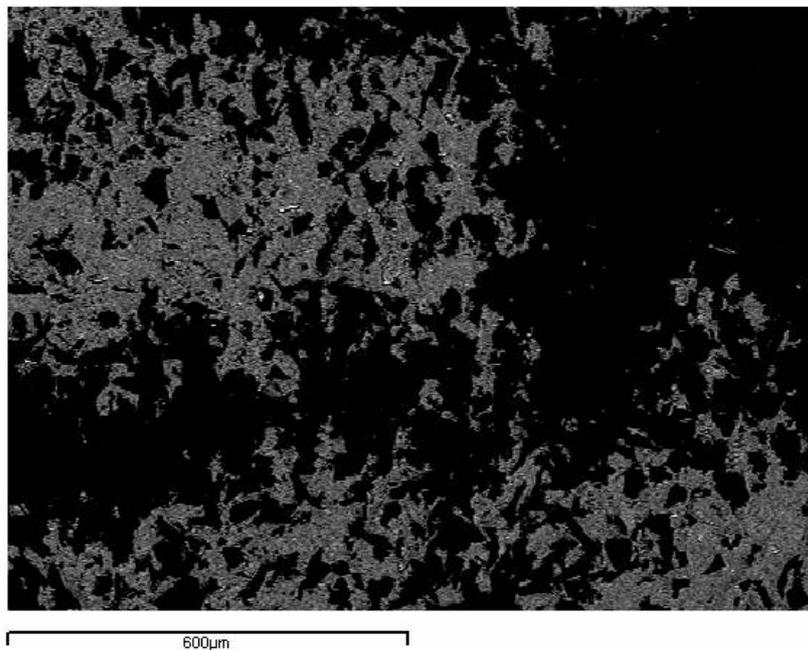


Figura 136: *Superficie del sustrato metálico Ti4 colado.*

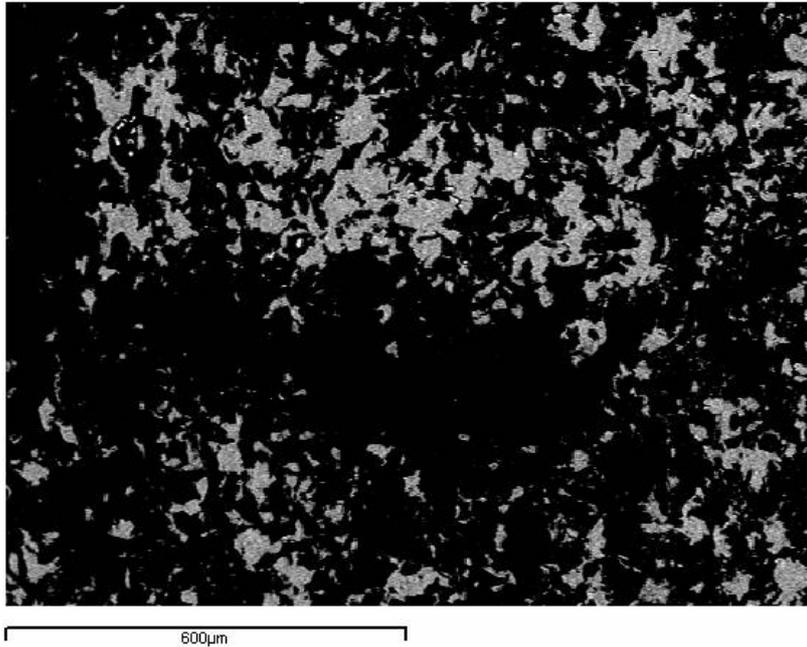


Figura 137: *Superficie del recubrimiento cerámico adherido al sustrato Ti4 colado.*

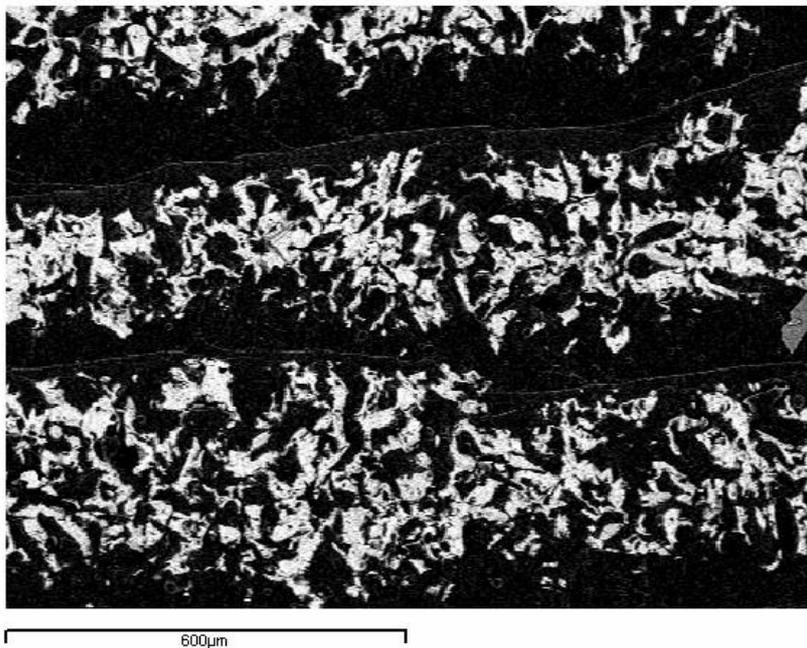


Figura 138: *Superficie del sustrato metálico Ti4 mecanizado.*

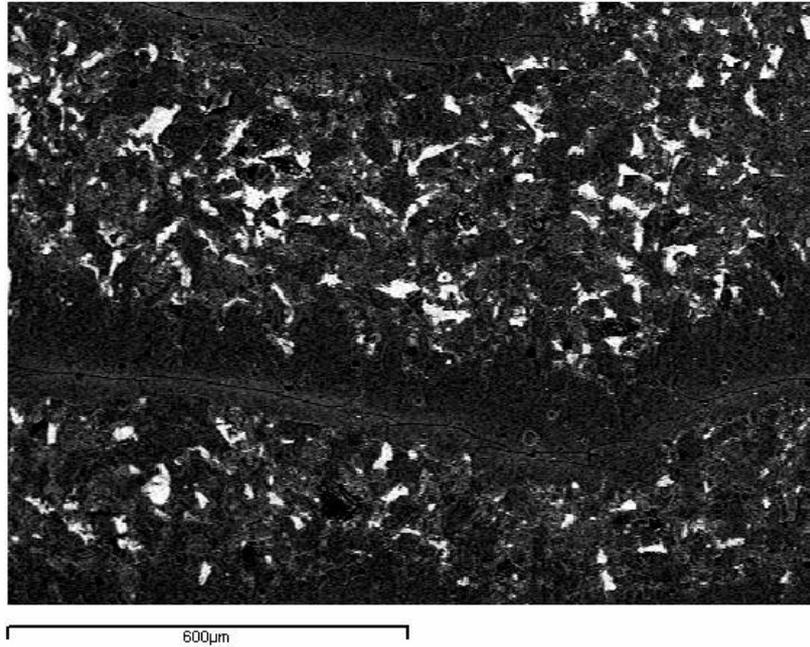


Figura 139: *Superficie del recubrimiento cerámico adherido al sustrato Ti4 mecanizado.*

Tales imágenes se han obtenido con electrones secundarios o retro-dispersados, más adecuados para caracterizar morfológicamente éstas superficies. En la totalidad de las micrografías se aprecian pequeños restos puntuales de cerámica o sustrato metálico, según el caso.

Como norma general, y para la totalidad de las cuatro series, en las micrografías que se muestra el sustrato metálico, las zonas más oscuras corresponden a restos de cerámica adherida o al agente adhesivo.

En las micrografías que muestran el recubrimiento cerámico, las zonas más claras (en

algunos casos son puntos) corresponden a restos de metal adherido. Ello quiere decir que el desprendimiento, a pesar de tener lugar por la inter-cara entre el substrato metálico y el recubrimiento cerámico, deja restos de una parte en la otra, una vez se han desprendido.

Para la serie de Cr-Co (Figuras 132 y 133) se aprecia una morfología superficial fina y sin accidentes abruptos. Se aprecian restos de cerámica adherida al metal en los extremos de la zona del recubrimiento cerámico.

Para la serie de Cr-Ni (Figuras 134 y 135) se aprecia una morfología superficial más basta, comparándola con la morfología de Cr-Co. Se aprecian también restos de cerámica adherida al metal en los extremos de la zona de recubrimiento cerámico.

Para la serie de Ti 4 colado (Figuras 136 y 137) y para la serie Ti 4 mecanizado (Figuras 138 y 139) se aprecia una morfología superficial con claras estrías, así como restos de un agente adhesivo tanto en el metal como en la cerámica. También se observan restos de cerámica en el metal y de metal en la cerámica.

3.5.6.-Discusión.

Lógicamente, por el diseño del estudio, los materiales base más rígidos obtienen mejores resultados en cuanto a resistencia a la fractura, ya que la rigidez influye

directamente en la resistencia a la deformación, que es lo que provocará la rotura de la unión respecto la cerámica. Cabe recordar que el principal objetivo de este estudio es comparar los dos tipos de titanio, con las mismas propiedades mecánicas, y así poder valorar si existen diferencias entre ellos en cuanto a calidad de unión con la cerámica. También es correcto comparar el Cr-Co y el Cr-Ni entre ellos, debido también a que son dos aleaciones extremadamente similares en cuanto a propiedades mecánicas.

Se ha realizado el test ANOVA con una $p < 0.05$ para el análisis estadístico de los resultados obtenidos.

Se observa que, para los substratos base Ti 4, tanto para el Ti colado como el mecanizado, los valores de carga de rotura están muy próximos, tal como se observa en la Figura 118, aunque hay diferencias estadísticamente significativas entre ellos (Tabla 59).

Sin embargo es interesante estudiar los resultados en cuanto a resistencia a la flexión para la resistencia S y para la T.

Para la resistencia S, existen diferencias estadísticamente significativas entre el Titanio colado y el mecanizado, siendo el comportamiento del titanio mecanizado mejor en un 99,5 % de los casos. (Tabla 60)

One-Way ANOVA on col (Ti colado) -> col (Ti mecan):

Ti colado	11,22	1,35714	9
F= 8,00585			
At the 0,05 level, the means are significantly different.			

Tabla 59: *Test ANOVA para comparación de la carga de fractura entre titanio*

One-Way ANOVA on col (Ti colado) -> col (Ti mecan):

Ti colado	24,91778	10,38579	9
	36,376	14,9964	10
F= 48,4851			
p= 2,28821 E-6			
At the 0,05 level, the means are significantly different.			

Tabla 60: *Test ANOVA para comparación de la resistencia a la fractura S*

Las series con substratos Cr-Ni y Cr-Co muestran sus valores de carga claramente diferenciados entre sí y también respecto a las series con base Titanio grado 4.

Las diferencias entre Cr-Ni y Cr-Co en cuanto a resistencia la flexión S son estadísticamente significativas con una $p < 0.05$, tal como se muestra en la tabla 61.

One-Way ANOVA on col (Cr-Ni) -> col (Cr-Co):

Data	Mean	Variance	N
Cr-Ni	46,758	66,21506	10
Cr-Co	54,596	9,73483	10
F= 8,08879			
p= 0,01077			
At the 0,05 level, the means are significantly different.			

Tabla 61: *Test ANOVA para la comparación de la resistencia a la fractura S entre Cr-Ni y Cr-Co.*

Debido a que la resistencia a la fractura T es la considerada en la normativa ISO y la referenciada en la literatura, se ha realizado un análisis profundo de los resultados para esta resistencia a la fractura, resultando este muy interesante. Se valoraron los resultados mediante el test ANOVA doble varianza con una $p < 0.05$. Se analizaron los resultados de los cuatro metales juntos, en grupos de 2 en 2 y de 3 en 3.

Las tablas del análisis estadístico se muestran a continuación, primero se hizo el análisis de los cuatro metales juntos (Tabla 62):

One-Way ANOVA on col (Ti4 col) -> col (Cr-Co):

Data	Mean	Variance	N
Ti4 col	49,1	90,0825	9
Ti4 mec	54,04	84,55378	10
Cr-Ni	59,78	200,484	10
Cr-Co	74,98	206,13011	10
F= 8,31997			
p= 2,61249 E-4			

En los análisis en grupos de tres en tres se observa como no existen diferencias estadísticamente significativas cuando se comparan el Titanio colado, el mecanizado y el Cr-Ni juntos. Cuando en los grupos interviene el Cr-Co entonces sí hay diferencias estadísticamente significativas, siendo el Cr-Co el que mayor resistencia a la fractura presenta. (Tablas 63 a 66)

Ti4 mec	54,04	84,55378	10

Tabla 63: *Test ANOVA para la comparación de la resistencia a la fractura T entre Titanio colado, mecanizado y Cr-Ni.*

One-Way ANOVA on col (Ti4 col) -> col (Cr-Co):

Data	Mean	Variance	N
Ti4 col	49,1	90,0825	9
Ti4 mec	54,04	84,55378	10
Cr-Co	74,98	206,13011	10
F= 14,28388			
p= 6,52356 E-5			
At the 0,05 level, the means are significantly different.			

Tabla 64: *Test ANOVA para la comparación de la resistencia a la fractura T entre Titanio colado, mecanizado y Cr-Co.*

One-Way ANOVA on col (Ti4 col) -> col (Cr-Co):

Data	Mean	Variance	N
Cr-Ni	59,78	200,484	10
F= 9,58423			
At the 0,05 level, the means are significantly different.			

Tabla 65: *Test ANOVA para la comparación de la resistencia a la fractura T entre Titanio colado, Cr-Ni y Cr-Co.*

One-Way ANOVA on col (Ti4 mec) -> col (Cr-Co):

Data	Mean	Variance	N
Ti4 mec	54,04	84,55378	10
Cr-Ni	59,78	200,484	10
Cr-Co	74,98	206,13011	10
F= 7,15103			
p= 0,00322			
At the 0,05 level, the means are significantly different.			

Tabla 66: *Test ANOVA para la comparación de la resistencia a la fractura T entre Titanio mecanizado, Cr-Ni y Cr-Co.*

Los análisis de dos en dos son los más interesantes para la comparación entre los dos tipos de Titanio, se observa como a pesar de que el titanio mecanizado tiene unos valores ligeramente superiores al colado, las diferencias entre ellos no son estadísticamente significativas. Tampoco son estadísticamente significativas las diferencias entre titanio colado o mecanizado respecto al Cr-Ni. En cambio, cuando se comparan individualmente con el Cr-Co, las diferencias son siempre estadísticamente significativas. (Tablas 67 a 72)

One-Way ANOVA on col (Ti4 col) -> col (Ti4 mec):

Data	Mean	Variance	N
Ti4 col	49,1	90,0825	9
Ti4 mec	54,04	84,55378	10
F= 1,32632			
p= 0,2654			
At the 0,05 level, the means are NOT significantly different.			

Tabla 67: *Test ANOVA para la comparación de la resistencia a la fractura T entre Titanio colado y mecanizado.*

One-Way ANOVA on col (Ti4 col) -> col (Cr-Ni):

Data	Mean	Variance	N
Ti4 col	49,1	90,0825	9
Cr-Ni	59,78	200,484	10
F= 3,63761			
p= 0,07353			
At the 0,05 level, the means are NOT significantly different.			

Tabla 68: Test ANOVA para la comparación de la resistencia a la fractura *T* entre Titanio colado y Cr-Ni.

Cr-Co	74,98	206,13011	10
-------	-------	-----------	----

--	--	--	--

Titanio colado y Cr-Co.

One-Way ANOVA on col (Ti4 mec) -> col (Cr-Ni):

Data	Mean	Variance	N
Ti4 mec	54,04	84,55378	10
Cr-Ni	59,78	200,484	10
F= 1,1559			
p= 0,29652			
At the 0,05 level, the means are NOT significantly different.			

Tabla 70: Test ANOVA para la comparación de la resistencia a la fractura *T* entre Titanio mecanizado y Cr-Ni.

One-Way ANOVA on col (Ti4 mec) -> col (Cr-Co):

Data	Mean	Variance	N
Ti4 mec	54,04	84,55378	10
Cr-Co	74,98	206,13011	10
F= 15,08455			
p= 0,00109			
At the 0,05 level, the means are significantly different.			

Tabla 71: Test ANOVA para la comparación de la resistencia a la fractura T entre Titanio mecanizado y Cr-Co.

One-Way ANOVA on col (Cr-Ni) -> col (Cr-Co):

Data	Mean	Variance	N
Cr-Ni	59,78	200,484	10
Cr-Co	74,98	206,13011	10
F= 5,68205			
p= 0,02836			
At the 0,05 level, the means are significantly different.			

Tabla 72: Test ANOVA para la comparación de la resistencia a la fractura T entre Cr-Ni y Cr-Co.

Se observa, para los desplazamientos que corresponden a las cargas de rotura de las diferentes series, un solapamiento en los valores de desplazamiento para las series con base Ti. Es decir, que existen determinados valores de desplazamiento de cabezal que hacen desprender el recubrimiento cerámico tanto en muestras de la serie Ti 4 colado como de la serie Ti 4 mecanizado.

Para las series con base Cr, los valores medios de desplazamiento para carga de rotura, con sus respectivas desviaciones, se encuentran estadísticamente diferenciados, siendo mayor el desplazamiento, respecto a las series base Ti 4. (Tabla 73)

One-Way ANOVA on col (Ti) -> col (Cr):

Data	Mean	Variance	N
Ti colado	0,19111	3,86111E-4	9
Ti mecan	0,217	6,9E-4	10
CrNi	0,332	5,95556E-4	10
CrCo	0,289	7,66667E-5	10
F= 92,28362			
p= 1,11022E-16			
At the 0,05 level, the means are significantly different.			

Tabla 73: *Test ANOVA para la comparación del desplazamiento entre las aleaciones de Cr y el Titanio.*

Los rangos de desplazamiento para la serie base Ti 4 están comprendidos entre 0,171 y 0,243 mm., existiendo diferencias estadísticamente significativas (ANOVA doble varianza) entre el titanio colado y el titanio mecanizado, siendo mayor el desplazamiento para el titanio mecanizado. (Tabla 74)

One-Way ANOVA on col (Ti colado) -> col (Ti mecan):

--

sis del desplazamiento entre titanio colado y titanio mecanizado.

Para la serie Cr-Co están comprendidos entre 0,280 y 0,298 mm. y para la serie base Cr-Ni, están comprendidos entre 0,308 y 0,356 mm. Existen diferencias estadísticamente significativas entre ellas. (Tabla 75)

One-Way ANOVA on col (CrNi) -> col (CrCo):

Data	Mean	Variance	N
CrNi	0,332	5,95556E-4	10
CrCo	0,289	7,66667E-5	10
F= 27,50579 p= 5,48477E-5			
At the 0,05 level, the means are significantly different.			

Tabla 75: Test ANOVA para la comparación del desplazamiento entre Cr-Ni y Cr-Co.

Existen diferencias estadísticamente significativas en cuanto a dureza superficial se refiere entre el Cr-Ni y el Cr-Co, así como entre estos dos y el titanio grado 4, ya sea mecanizado o colado. No existen diferencias significativas entre el Titanio grado 4 colado y el mecanizado, aunque como se observa en la tabla 57, la dureza superficial del titanio mecanizado es ligeramente superior.

Uno de los objetivos de presente estudio final era obtener una rugosidad y dureza superficial en el titanio grado 4 superior al estudio preliminar, arenando el titanio con partículas de 250 micras en vez de 50 micras y aumentando la presión del arenado, esto se ha conseguido, tal como se observa en las tablas 27, 57 y 58.

En cuanto al análisis de la rugosidad, únicamente se comenta el parámetro Ra, ya que es el parámetro más común para definirla. Los valores medios de Ra son similares para las series base Ti 4 y entre las series base Cr, siendo los valores medios de Ra mayores para Cr-Ni y Cr-Co que para las series Ti 4. La dureza superficial es un parámetro muy

importante, sobre el titanio, al ser mas blando que las aleaciones de Cromo, es más difícil conseguir superficies altamente rugosas debido al desgaste del propio material provocado por el arenado.

En cuanto al análisis microscópico, se aprecian restos de metal en el recubrimiento cerámico desprendido y restos de cerámica en el substrato metálico, prácticamente en todos los casos. Además, se aprecian restos, en mayor o menor medida, de lo que se supone es un agente adherente utilizado en la fijación del recubrimiento cerámico durante la fabricación de las muestras, tanto en la superficie de fractura del metal como de la cerámica.

El adhesivo se encuentra formado estrías paralelas a los soportes de aplicación de la fuerza y que contienen grietas debidas a los esfuerzos de tracción originados en el ensayo de flexión por 3 puntos. La observación de estas estrías únicamente en las muestras con base titanio indican un comportamiento elástico adaptado al titanio de estas cerámicas, en las tablas 42a y 42b (pág.157-158) se pueden apreciar los módulos de elasticidad de los metales y cerámicas usados.

Es interesante observar diversos detalles que pueden explicar por que el titanio mecanizado obtiene mejor resistencia a la compresión. Observando las tablas de rugosidad, observamos que el titanio colado es ligeramente mas rugoso que el titanio mecanizado, pese a haber sufrido el mismo tratamiento, lo cual indica una menor dureza

en el titanio colado, es más blando que el titanio mecanizado, tal como muestra la tabla 57 y la Figura 121, y esto es influyente en la resistencia mecánica en los ensayos de compresión.

Este hecho es significativo y destaca la mayor importancia de la dureza superficial del sustrato sobre la rugosidad para la obtención de un mejor comportamiento mecánico de esta combinación de materiales.

La literatura internacional acepta 25 MPa como valor estándar aceptable en la resistencia a la flexión, (Yilmaz y Dinçer, 1999)⁷¹ siendo el valor de referencia la resistencia Thau.

En la comparación con los resultados de otros autores, Yilmaz y Dinçer⁷¹ obtuvieron valores de 37,1 MPa de unión para el titanio colado grado 2 en un estudio muy similar al que se presenta.

Blume y cols.⁷⁰ obtuvieron resistencias de 51 Mpa para la combinación Duceratin-Titanio grado 1; 41 MPa para la combinación TiBond-Titanio grado 1 y 35 MPa para la combinación Vita-Titanio grado 1.

Persson y Bergmann⁶⁶ encontraron valores de 47,5 MPa para la combinación Procera-Titanio mecanizado grado 2 y de 48,9 para la combinación Duceratin-Titanio colado grado 2, aunque el diseño de su estudio era totalmente distinto.

En la revisión bibliográfica se pueden repasar los resultados de algunos estudios revisados.

En general, los valores encontrados en el presente estudio son siempre superiores al estándar aceptable y similares a los obtenidos por otros autores, parece que se confirma, como en el estudio de los puentes, que la unión con titanio de mayor pureza, grado 2 o grado 1 es mejor que la unión con titanio grado 4, al menos en cuanto a adhesión. El estudio de flexión en tres puntos parece que de alguna manera minimiza el efecto de la mayor rigidez del titanio grado 4.

Cabe resaltar la gran variabilidad en la metodología de otros estudios, ya que en la mayoría, aparte de realizar los procedimientos habituales, en casi todos se introducen pequeñas variaciones, a veces en una fase de la construcción y a veces en otra, que dificultan la comparación veraz de los resultados. Gracias a la norma UNE-EN ISO 9693, se estandarizan los estudios y los resultados se hacen comparables de manera fiable.

3.5.7.- Conclusiones.

El objetivo principal del estudio es comparar el titanio colado y el mecanizado, así pues:

- No existen diferencias en cuanto a adhesión del titanio grado 4 mecanizado y colado con respecto a la cerámica.

- La retención micromecánica obtenida con el arenado mediante partículas de grano grueso (250 μm) es un factor determinante para la obtención de una unión titanio-cerámica firme, siendo esta suficiente para garantizar valores de adhesión correctos.
- La superficie del titanio grado 4 mecanizado es más dura que la del colado.
- Las fracturas en forma de estrías indican una adhesión óptima entre el titanio y la cerámica.

Los ensayos mecánicos de compresión en tres puntos son un método correcto para la comparación de la adhesión siempre y cuando los sustratos metálicos sean de la misma naturaleza, no para comparar metales distintos, ya que sus diferentes propiedades mecánicas alteran el comportamiento respecto a la cerámica, pese a que la NORMA ISO pretende compensar esas diferencias mediante factores de corrección.

Se puede y se debe estudiar más en la comparación de qué grado de titanio puro es el que mejor adhesión y resistencia mecánica tiene respecto a las cerámicas u otros materiales de restauración, y que tratamientos deben recibir los materiales durante su manipulación para optimizar los resultados.