

## Caracterización mecánica de materiales para aplicaciones dentales

A. Pajares\*, P. Miranda\*\*, F. Guiberteau\*\* y F.I. Cumbreira\*

**Resumen** En este trabajo se ha realizado un estudio del daño introducido en materiales dentales y en sistemas multicapa prototipo cuando soportan las tensiones de contacto que se generan en la boca del paciente, simuladas mediante ensayos de indentación Hertz. En particular, se ha determinado la naturaleza del daño introducido, y se ha procedido a su cuantificación a partir de la obtención de curvas tensión-deformación y cargas críticas para el inicio de la deformación plástica y/o fractura. Además, en el caso del sistema multicapa, los ensayos se han simulado numéricamente mediante el método de elementos finitos (FEM). La simulación FEM es el complemento perfecto a los ensayos Hertz, ya que permite cuantificar el campo de tensiones y por consiguiente justificar los diferentes modos de fractura observados. A partir de los resultados de este estudio se deducen implicaciones de interés práctico para el diseño de materiales multicapa resistentes al daño por contacto.

**Palabras clave** Cerámicos dentales. Tricapas. Ensayos de indentación Hertz. Deformación localizada. Fractura.

### Mechanical characterization of materials for dental applications

**Abstract** An study of the damage induced in dental materials and model multilayer systems by masticatory contact stresses, simulated by hertzian indentation test, have been performed. In particular, the nature of induced damage has been identified, and quantified from stress-strain curves and critical loads for yielding or crack initiation. For multilayer systems, test have been numerically simulated using finite element techniques (FEM). FEM simulations complement indentation test, allowing to justify the observed fracture modes from calculated stress fields. Practical implications can be derived from our results, relevant to the design of multilayer structures tolerant to contact damage.

**Keywords** Dental ceramics. Trilayers. Hertzian indentation tests. Localized damage. Fracture.

### 1. INTRODUCCIÓN

La mayor parte de las restauraciones dentales son estructuras multicapa, al igual que las piezas dentales naturales<sup>[1-6]</sup>. Generalmente consisten en un recubrimiento cerámico (0,5-1,5 mm de espesor) sobre un substrato blando (1-4 mm). Entre las propiedades que aconsejan la utilización de cerámicos para aplicaciones dentales destacaremos su inercia química, resistencia a la erosión y apariencia estética<sup>[7]</sup>. Sin embargo, la diferencia entre las propiedades elasto-plásticas de los materiales utilizados origina la fractura catastrófica del cerámico, especialmente bajo la acción de fuerzas de contacto elevadas y/o cíclicas; las fuerzas involucradas du-

rante el proceso de masticación son del orden de 200 N<sup>[8]</sup>. Así, aproximadamente el 25 % de las coronas dentales experimentan fractura catastrófica durante los primeros cinco años de servicio<sup>[9 y 10]</sup>. Existe pues la necesidad de identificar y caracterizar los mecanismos de daño por contacto, tanto en los componentes cerámicos monolíticos como en la estructura multicapa. Con el fin de conferir mayor rigidez al sistema, algunos autores sugieren la posibilidad de introducir una capa (1 mm) de un material duro entre la capa cerámica externa y el substrato blando. Si bien esta parece ser la tendencia actual, no se dispone aun de estudios detallados sobre la respuesta mecánica de este tipo de sistemas. Entre los cerámicos más utilizados en la

(\*) Dpto. de Física, Facultad de Ciencias, Universidad de Extremadura. Av. de Elvás s/n. 06071 Badajoz (España).

(\*\*) Dpto. de Electrónica e Ingeniería Electromecánica, E.I.I., Universidad de Extremadura, Av. de Elvás s/n. 06071 Badajoz (España).

actualidad destacaremos las porcelanas, vidrios cerámicos, alúminas y zirconias<sup>[4]</sup>. Generalmente, los dos primeros se utilizan como recubrimientos externos y los dos últimos como capas intermedias.

Nuestro interés en este trabajo se centra en investigar la relación existente entre la microestructura y el daño generado por contacto en materiales monolíticos tipo porcelana, vidrio cerámico, alúmina infiltrada con vidrio y zirconia policristalina. También se efectúa un análisis detallado de los diferentes modos de fractura por contacto desarrollados en materiales multicapa prototipo tipo vidrio/zafiro/policarbonato. La selección de este sistema particular tiene una doble motivación. De un lado, las propiedades mecánicas de sus materiales constituyentes son similares a las de los materiales dentales y, de otro, su transparencia nos permite realizar observaciones *in-situ*. Sin embargo, la complejidad del sistema considerado, así como la no linealidad de la respuesta mecánica de sus materiales constituyentes, nos obliga a recurrir a métodos numéricos para calcular el campo de tensiones generado para, a continuación, poder justificar los modos de fractura observados. Para la realización de este estudio resultan especialmente idóneos los ensayos de indentación Hertz. Si bien se trata de ensayos tradicionalmente utilizados para estudiar la plasticidad de los metales<sup>[11]</sup>, en los últimos años su utilización se ha extendido al estudio de la fractura de materiales cerámicos<sup>[12-16]</sup>. Los ensayos Hertz resultan especialmente adecuados para estudios sobre materiales dentales, ya que emulan el campo de tensiones que éstos soportan en condiciones de servicio. Efectivamente, los parámetros más característicos del ensayo (radio del indente esférico y carga aplicada) se identifican con variables de importancia desde el punto de vista clínico (radio de curvatura de las piezas dentales y fuerzas involucradas durante el proceso de masticación).

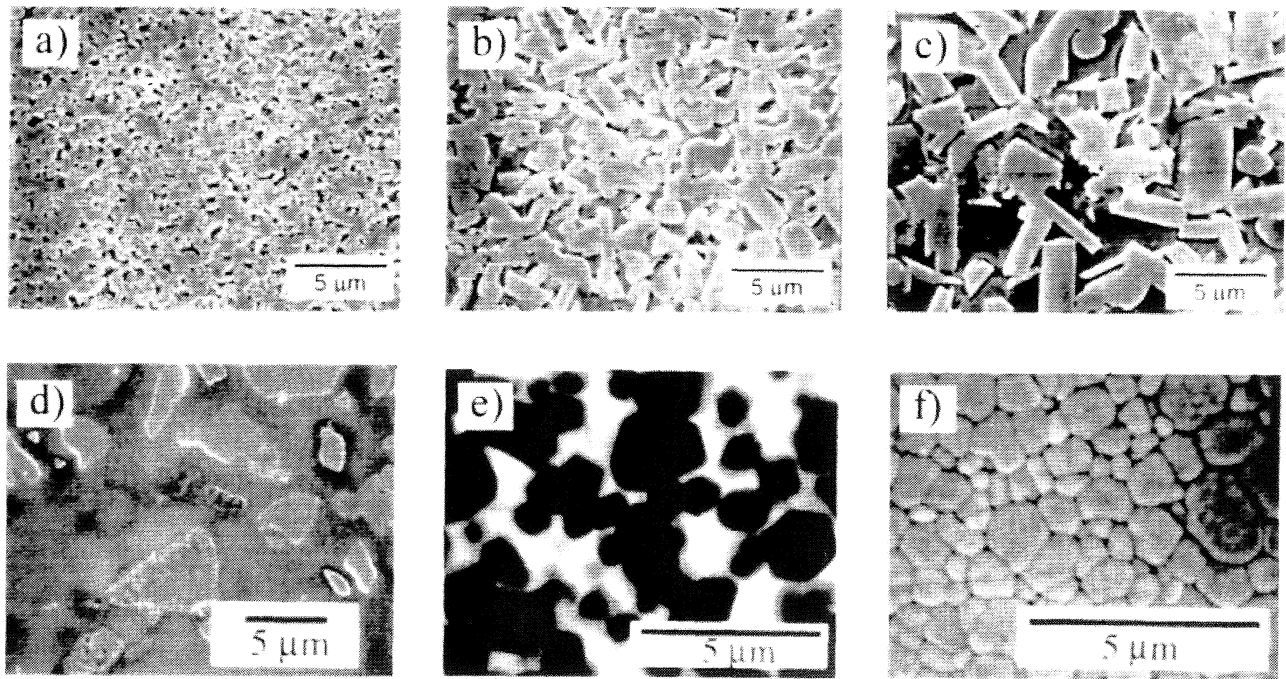
El interés de este tipo de estudios reside en la posibilidad de efectuar predicciones sobre el comportamiento en servicio de sistemas multicapa ciertamente complejos y, especialmente, en sus implicaciones prácticas para el diseño inteligente de estructuras que sean tolerantes al daño por contacto.

## 2. MÉTODO EXPERIMENTAL

### 2.1. Selección y preparación de materiales

El estudio se ha realizado sobre los siguientes materiales:

- *Vidrios cerámicos*. Los vidrios cerámicos utilizados ( $K_2O$ - $MgF_2$ - $MgO$ - $SiO_2$ ), suministrados por Corning Inc., Corning, NY, contienen aproximadamente un 60 % en volumen de plaquetas de mica en una matriz de vidrio. Se han estudiado muestras con tamaños de plaqueta diferentes, obtenidas mediante tratamientos de cristalización a 1000, 1060 y 1120 °C durante 4 horas. El tratamiento a 1000 °C conduce a una microestructura fina (F-MGC), en la que las plaquetas tienen un espesor de 0,3  $\mu m$  y un diámetro de 1,0  $\mu m$  (Fig. 1a). Después del tratamiento a 1060 °C (M-MGC), el espesor de las plaquetas es de 0,7  $\mu m$  y su diámetro de 3  $\mu m$  (Fig. 1b). Por último, el tratamiento a 1120 °C conduce a una microestructura gruesa (C-MGC), con plaquetas de 1,2  $\mu m$  de espesor y 8  $\mu m$  de diámetro (Fig. 1c).
- *Porcelana*. Los ensayos se han realizado sobre una porcelana feldespática (Vita Mark II), suministrada por Vita Zahnfabrik Germany, cuya microestructura consiste en partículas cristalinas de 1 a 7  $\mu m$  de tamaño inmersas en una matriz vítrea (Fig. 1d).
- *Alúmina infiltrada con vidrio*. Para la preparación de este material se han utilizado barras (3×4×25 mm) de alúmina parcialmente sinterizada que contienen un 30 % de poros de 1 a 5  $\mu m$  de tamaño. El proceso de infiltración con vidrio (Vita In-Ceram A3.5) se ha realizado a 1170 °C durante 6 horas. La microestructura resultante se muestra en la figura 1e, donde las regiones oscuras corresponden a la alúmina y las blancas al vidrio.
- *Policristales de zirconia tetragonal estabilizada con ytria (Y-TZP)*. Los policristales utilizados, suministrados por Coors Ceramics Co., Golden CO, contienen un 5,4 % en peso de ytria y tienen un tamaño de grano de aproximadamente 1  $\mu m$  (Fig. 1f).
- *Materiales multicapa prototipos*. Los materiales básicos a partir de los cuales se han preparado los sistemas multicapas han sido los siguientes:
  - Vidrio: Se han utilizado portamuestras de 75 mm x 25 mm y espesor fijo  $d_v = 1$  mm, suministrados por Daigger & Company, Wheeling, IL.
  - Zafiro: Se han empleado láminas de zafiro monocristalino de 50 mm x 25 mm y espesores  $d_z = 350, 500, 800$  y 920  $\mu m$ , suministradas por Goodfellow, England, orientadas al azar y pulidas por ambas caras.



**Figura 1.** Micrografías tomadas mediante microscopía electrónica de barrido mostrando la microestructura de a) vidrio cerámico F-MGC, b) vidrio cerámico M-MGC, c) vidrio cerámico C-MGC, d) porcelana feldespática, e) alúmina infiltrada con vidrio y f) policristales de zirconia tetragonal.

*Figure 1. Scanning electron micrographs showing microstructure of a) micaceous glass-ceramics F-MGC, b) micaceous glass-ceramics M-MGC, c) micaceous glass-ceramics C-MGC, d) feldspathic porcelain, e) infiltrated alumina ceramic and f) yttria tetragonal zirconia polycrystal.*

- Policarbonato: El policarbonato ha sido suministrado por AIN Plastic, Norfolk, VA en forma de bloques de 75 mm × 25 mm de 12,5 mm de espesor y superficies pulidas. A partir de estos materiales se han preparado muestras tricapa vidrio/zafiro/policarbonato utilizando un adhesivo industrial epoxy suministrado por Harcos chemicals, Bellesville, NJ. La elección de este adhesivo se debe principalmente a su transparencia y a que permite la unión a temperatura ambiente. Antes de unir las capas, superficies seleccionadas del vidrio y zafiro fueron erosionadas utilizando una suspensión de partículas de 600 µm de carburo de silicio. Para determinar las propiedades mecánicas de los materiales individuales se han preparado muestras monolíticas de todos los materiales constituyentes, incluyendo el adhesivo.

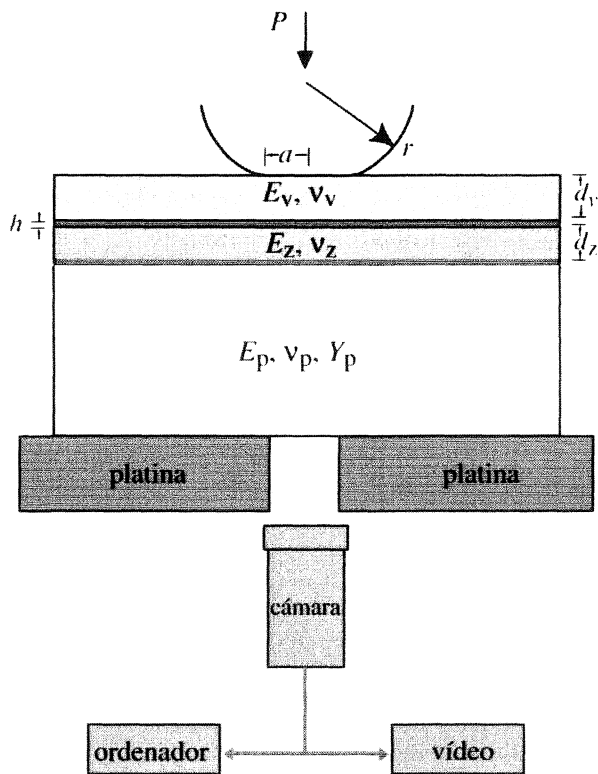
## 2.2. Caracterización mecánica

Los ensayos de indentación se han realizado con una máquina universal (Instron modelo 5565) en el rango de cargas,  $P$ , comprendido entre 25 y

5000 N, utilizando como impresores esferas de carburo de wolframio de radios  $r = 1.98, 3.18, 4.76, 7.94$  y  $12.70$  mm. Los ensayos se realizaron a temperatura ambiente y a una velocidad de travesía constante comprendida entre 0,05 y 0,3 mm/min.

En el caso de los materiales multicapa, la transparencia de sus constituyentes ha posibilitado la realización de observaciones *in situ*<sup>[17]</sup>. Para ello, se ha utilizado un sistema óptico de inspección que se ha conectado a una cámara CCD de alta resolución que, a su vez, se conecta a un monitor y a un equipo de grabación y edición de vídeo. La secuencia de iniciación y propagación de las fisuras generadas en las capas frágiles (i.e., vidrio y zafiro) durante el contacto se ha registrado en vídeo enfocando la imagen desde la superficie inferior del policarbonato (Fig. 2).

A diferencia del sistema multicapa modelo, los materiales monolíticos son opacos. Con el fin de examinar el daño introducido bajo la superficie de contacto se han realizado experimentos de sección, similares a los utilizados originalmente por Mulrean y otros<sup>[12,18 y 19]</sup>. Para ello, se unen las superficies de dos muestras previamente pulidas (1 µm) mediante una fina capa de adhesivo



**Figura 2.** Esquema ilustrativo de un ensayo de indentación Hertz en un recubrimiento bicapa vidrio/zafiro, de espesor  $d_v/d_z$ , sobre un sustrato de polycarbonato. Espesor de pegamento  $h$ . Un ensayo a una carga  $P$  utilizando un impresor de radio  $r$  origina una huella residual de radio  $a$ . Los ensayos han sido grabados *in situ* enfocando la superficie de ensayo desde abajo.

Figure 2. Schematic of Hertzian contact test for glass/sapphire coating, thickness  $d_v/d_z$ , on polycarbonate substrate bonded with epoxy adhesive, thickness  $h$ . WC sphere of radius  $r$  produces contact of radius  $a$  at load  $P$ . Camera is used to monitor crack evolution optically *in situ* from below contact.

(Loctite). A continuación, mediante corte se obtiene una nueva superficie perpendicular al plano de unión. Una vez pulida esta nueva superficie, se realizan los ensayos centrados sobre la interfase. Finalmente, se disuelve el adhesivo en acetona y las dos secciones se examinan al microscopio.

Los ensayos de indentación Hertz permiten también obtener la siguiente información cuantitativa:

- *Curvas tensión-deformación de indentación.* Se han obtenido las curvas tensión deformación de los materiales dentales y de los materiales constituyentes del sistema tricapa. Para determinar el radio de contacto,  $a$ , las superficies de las muestras fueron previamente cubiertas con oro<sup>[19]</sup>. Conocido el radio de la zona de contacto en función de la carga aplicada y del radio

del impresor, se traza la curva tensión-deformación de indentación (i.e.  $p_0 = P/\pi a^2$  frente a  $a/r$ )<sup>[11,19-22]</sup>.

- *Módulo elástico, E.* De acuerdo con la teoría de la elasticidad lineal de Hertz<sup>[23]</sup>, para tensiones inferiores a la tensión de límite elástico,  $Y$ , la relación entre  $p_0$  y  $a/r$  es lineal,

$$p_0 = (3E/4\pi k) (a/r) \quad (1)$$

donde  $E$  es el módulo elástico del material y  $k$  una constante adimensional en la forma<sup>[24]</sup>

$$k = (9/16) [(1-\nu^2) + (1-\nu'^2) E/E'] \quad (2)$$

siendo  $\nu$  y  $\nu'$  los coeficientes de Poisson del material e impresor, respectivamente, y  $E'$  el módulo elástico del impresor. Conocidas las constantes elásticas del impresor (tabla I), las ecuaciones anteriores permiten determinar el módulo elástico de los materiales masivos utilizando el tramo lineal de la curva tensión-deformación.

- *Tensión de límite elástico, Y.* Se ha determinado a partir de la carga,  $P_Y$ , correspondiente a la primera impresión residual detectable en la superficie de ensayo y el radio de contacto,  $a$ , correspondiente<sup>[25]</sup>, teniendo en cuenta la relación<sup>[11]</sup>

$$Y \approx 0,9 (P_Y / \pi a^2) \quad (3)$$

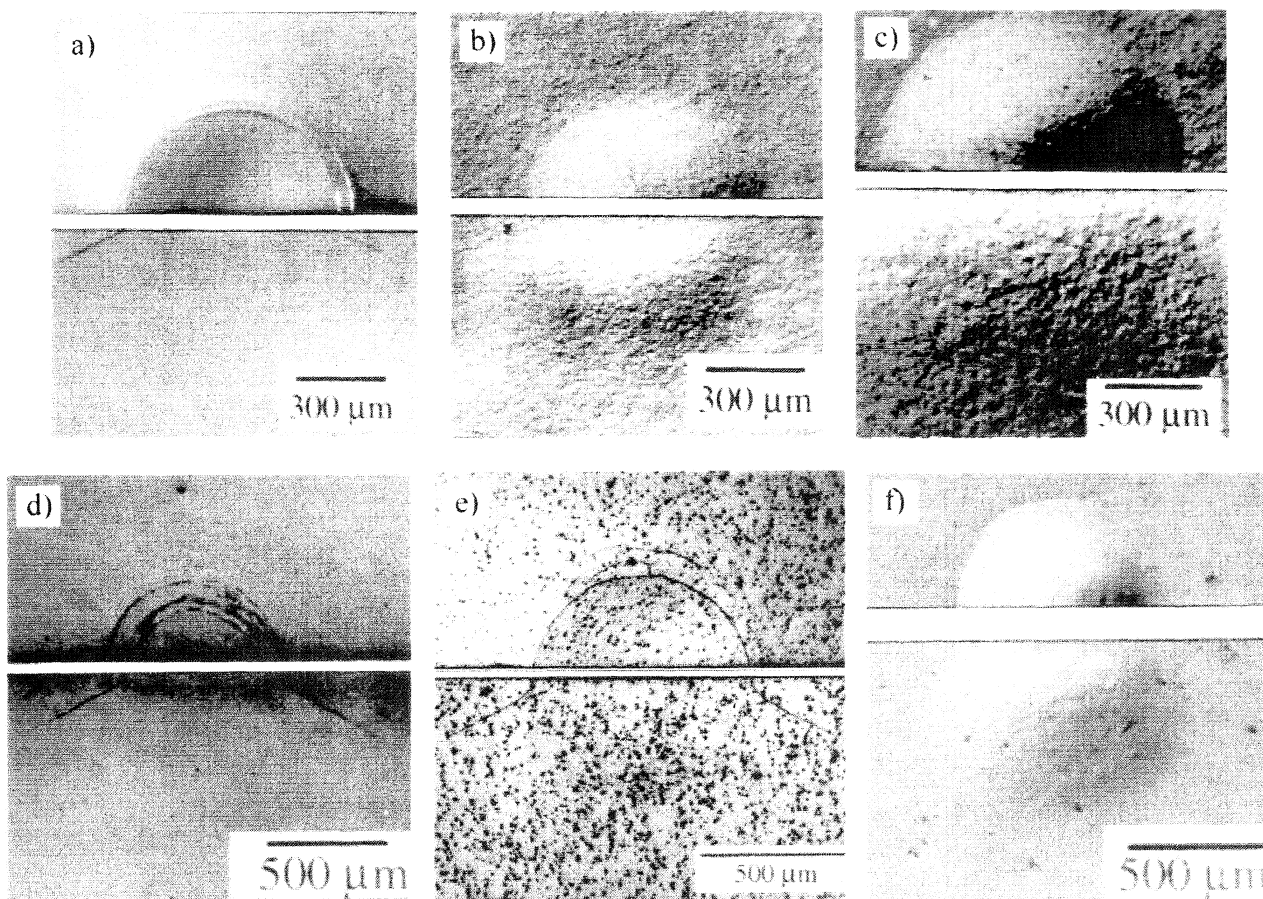
- *Cargas críticas de fractura, P<sub>c</sub>.* La determinación de  $P_c$  correspondientes a los materiales dentales (opacos) se ha efectuado realizando experimentos de detección de emisión acústica durante el contacto<sup>[26]</sup>. En el caso de los materiales multicapa, las cargas críticas para el inicio de fisuras se han obtenido a partir de las observaciones *in situ*.

### 3. RESULTADOS

Para simplificar la presentación de los resultados, los agruparemos en dos secciones: materiales dentales y materiales multicapa modelo.

#### 3.1. Materiales dentales

En la figura 3 se muestran micrografías de superficie y sección transversal, correspondientes a ensayos realizados en vidrios cerámicos, porcelana, alúmina infiltrada con vidrio y policristales de



**Figura 3.** Micrografías de superficie (superior) y sección (inferior) correspondientes a muestras de vidrios cerámicos a) F-MGC, b) M-MGC, c) C-MGC, y d) porcelana feldespática, e) alumina infiltrada con vidrio y f) policristales de zirconia tetragonal.  $r = 3.18$  mm. La carga aplicada se especifica en el texto.

*Figure 3. Nomarski optical micrographs, half surface (upper) and section (lower) views, from bonded-interface specimens of micaceous glas-ceramics a) F-MGC, b) M-MGC, c) C-MGC, and d) feldspathic porcelain, e) infiltrated alumina ceramic and f) yttria tetragonal zirconia polycrystal. Indenter radius  $r = 3.18$  mm. Load specified in the text.*

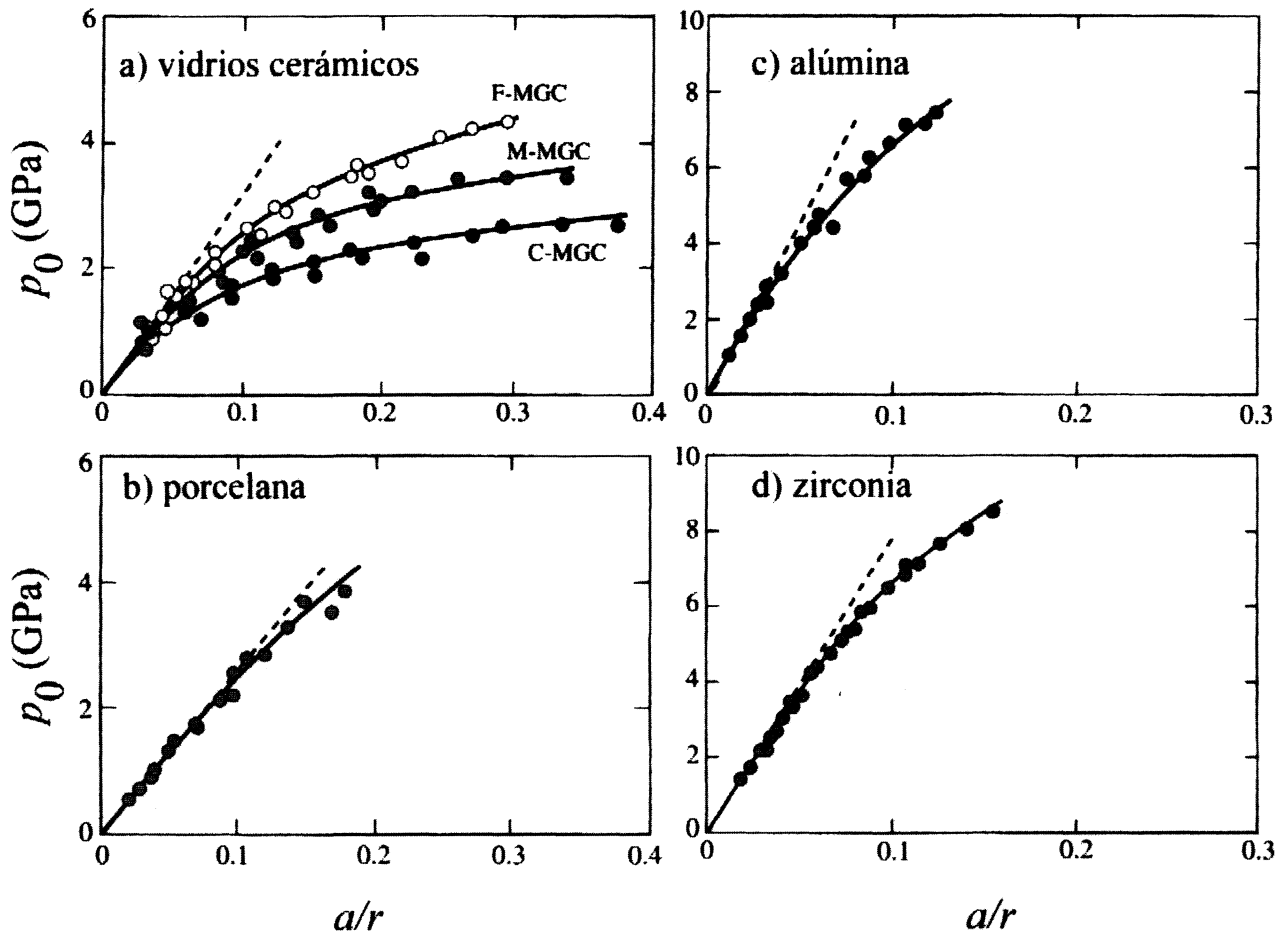
zirconia tetragonal. Las figuras 3a, 3b y 3c corresponden a ensayos realizados a 1000 N en los vidrios cerámicos estudiados. En las muestras F-MGC se observa una fisura cónica típica de materiales frágiles y una pequeña depresión en la superficie de ensayo (Fig. 3(a)). Para las muestras M-MGC la fisura cónica es menos profunda y la depresión superficial mayor, en buen acuerdo con el mayor daño subsuperficial observado. En las muestras C-MGC el daño generado está localizado en la región situada bajo la zona de contacto, no observándose fisura cónica.

En la figura 3(d) se observa el daño generado a 750 N en una muestra de porcelana. Al igual que en el caso de la muestra F-MGC, se observan fisuras en la superficie que se desarrollan completamente para dar lugar a fisuras cónicas, pero en cambio no se aprecia ningún signo de deformación subsuperficial.

Micrografías de la superficie y la sección correspondiente a un ensayo realizado a 2500 N sobre alumina infiltrada con vidrio se muestran en la figura 3(e). En este caso, se observa una fisura cónica bien desarrollada junto con una ligera depresión superficial debida al daño localizado que se genera bajo el contacto.

Por último, la figura 3(f) muestra micrografías correspondientes a un ensayo de indentación a 4750 N en Y-TZP. En la superficie de ensayo se observa una huella residual muy pronunciada y unas fisuras anillo poco definidas, y en la micrografía de sección se aprecia que el daño está confinado en una zona bien definida bajo el contacto.

Las curvas tensión-deformación correspondientes a estos materiales se muestran en la figura 4. En todos los casos, los resultados concuerdan con la teoría elástica de Hertz (líneas en trazo discontinuo) hasta una cierta tensión de indentación



**Figura 4.** Curvas experimentales tensión-deformación de indentación para a) vidrios cerámicos, b) porcelana feldespática, c) alumina infiltrada con vidrio y d) policristales de zirconia tetragonal. Las líneas discontinuas corresponden a la predicción de la teoría elástica de Hertz.

Figure 4. Indentation stress-strain curves: a) micaceous glas-ceramics, b) feldspathic porcelain, c) infiltrated alumina and d) yttria tetragonal zirconia. Dashed lines are Hertzian limits for elastic contact.

( $p_Y = 1.1 Y$ ), a partir de la cual los datos se desvían del comportamiento lineal indicando un cierto grado de ductilidad. Las curvas tensión-deformación correspondientes a los tres vidrios cerámicos (Fig. 4a) indican un aumento de la ductilidad al aumentar el tamaño de las plaquetas de mica, en concordancia con la cantidad de daño observado en las micrografías de la figura 3. En el resto de materiales sólo se observa una ligera desviación respecto del comportamiento lineal, que tiene lugar a tensiones más elevadas que las correspondientes a los vidrios cerámicos.

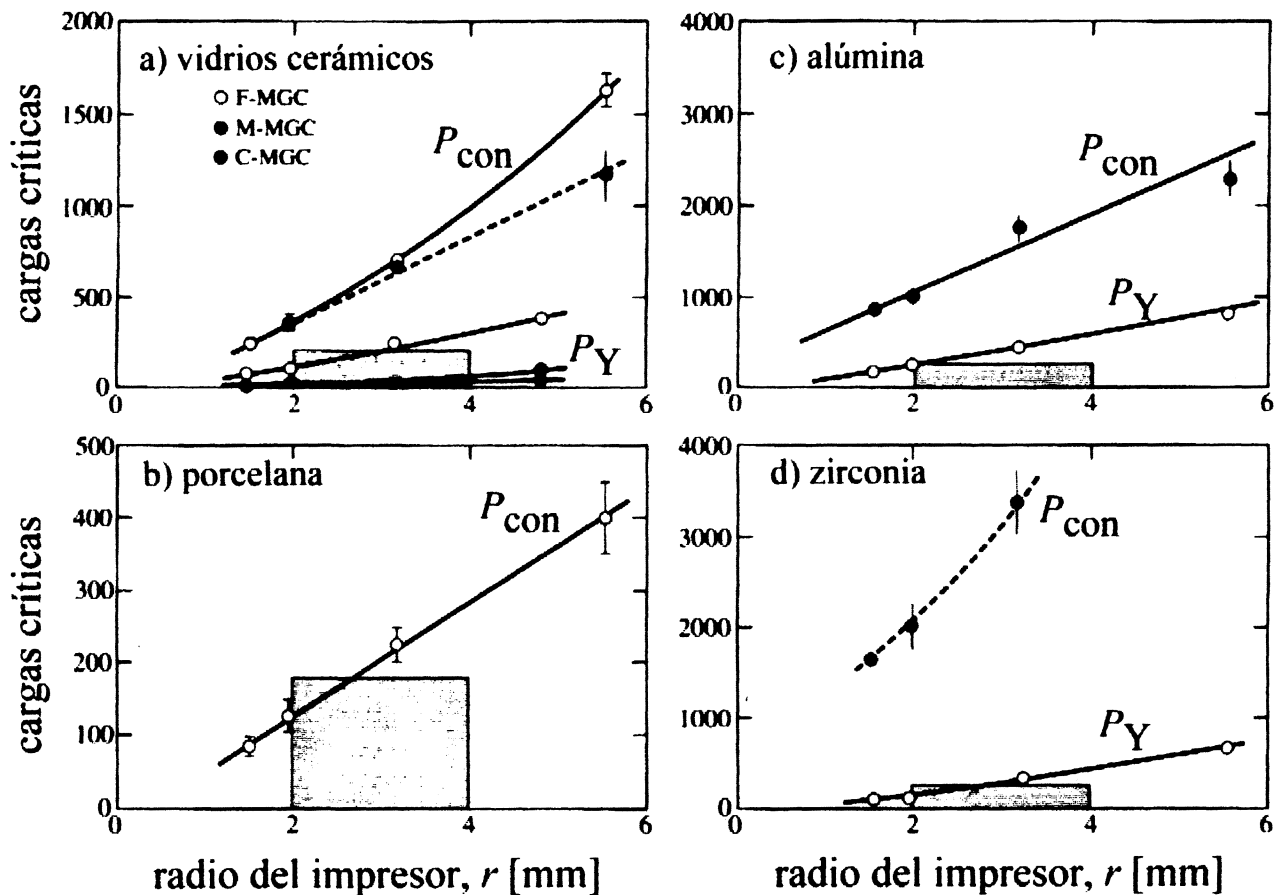
En la figura 5 se muestran las cargas umbrales necesarias para el inicio de fisuras cónicas,  $P_{con}$ , y de la deformación localizada,  $P_Y$ , en función del radio del impresor. Las regiones sombreadas representan las condiciones de servicio, es decir, las fuerzas típicas durante la masticación y el radio de curvatura de las piezas dentales<sup>[8]</sup>. En todos los ca-

sos se trata de funciones crecientes. La carga crítica para el inicio de la deformación localizada es siempre inferior a la carga crítica para el inicio de la fisura cónica excepto en la porcelana, material en el que no es posible determinar  $P_Y$  debido a la ausencia de deformación localizada (ver figura 3(d)). De la misma forma, debido a la ausencia de fisuras cónicas en el C-MGC (Fig. 3(c)), no se incluye  $P_{con}$  en la gráfica correspondiente a este material.

### 3.2. Materiales multicapa

La figura 6a muestra las curvas tensión-deformación del vidrio, zafiro, cuya respuesta es elástica, y la 6b del policarbonato y adhesivo, que muestran una gran plasticidad. Los valores de  $E$  obtenidos a partir de estas curvas se muestran en la tabla I.

A continuación se presentan los resultados relativos a modos de fractura en el sistema tricapa,



**Figura 5.** Cargas crítica para el inicio de la deformación plástica localizada ( $P_Y$ ) y de las fisuras cónicas ( $P_{con}$ ) para a) vidrios cerámicos, b) porcelana feldespática, c) alumina infiltrada con vidrio y d) policristales de zirconia tetragonal. Las zonas sombreadas representan las condiciones en servicio en la boca del paciente.

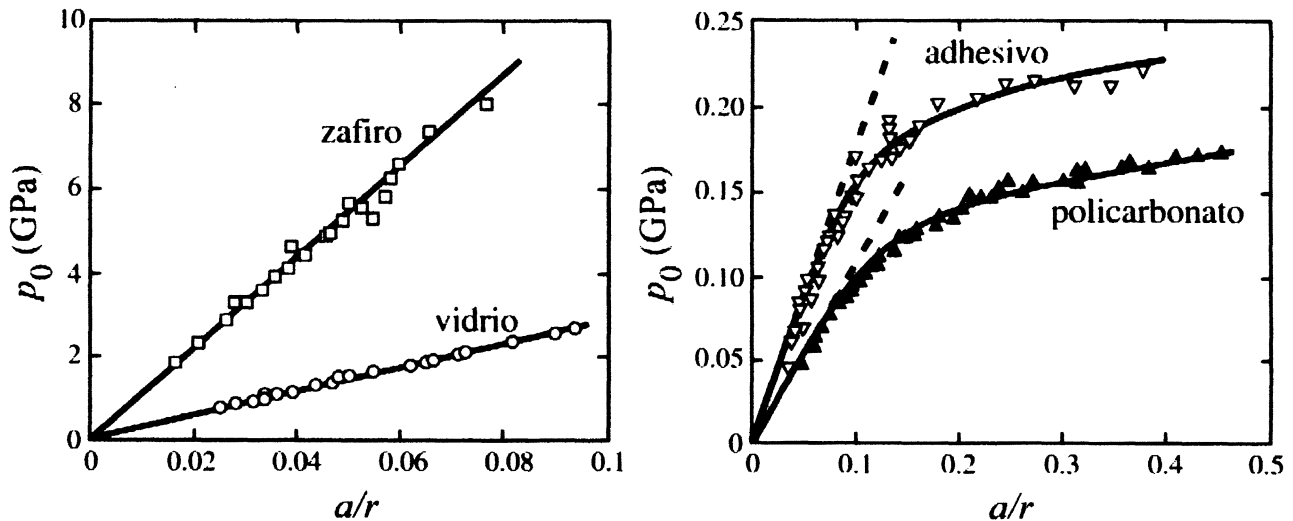
**Figure 5.** Critical loads for onset of subsurface yield ( $P_Y$ ) and surface cracking ( $P_{con}$ ) as function of indenter radius ( $r$ ), for a) micaceous glass-ceramics, b) feldspathic porcelain, c) infiltrated alumina ceramic and d) yttria tetragonal zirconia polycrystal. Shaded zones indicate "typical" range of oral masticatory conditions.

agrupándolos en dos apartados dependiendo de que la fractura tenga lugar en el vidrio o en el zafiro.

– *Fractura en el vidrio.* La figura 7 muestra una serie de micrografías del desarrollo de fisuras en una muestra vidrio/zafiro/polycarbonato ( $d_v = 1$  mm y  $d_z = 0,5$  mm) con la superficie superior del vidrio erosionada. Para una determinada carga umbral, se produce el inicio de una fisura anillo en la superficie de ensayo que se desarrolla, al aumentar la carga aplicada, dando lugar finalmente a una fisura cónica. En cambio, si se erosiona la superficie inferior del vidrio (Fig. 8), se observa el inicio de fisuras radiales, que crecen en extensión y en número al aumentar la carga. Después de realizar los ensayos, determinadas muestras se han cortado transversalmente a la superficie de ensayo con el fin de determinar la localización y morfología de las

fisuras<sup>[27]</sup>. Las micrografías de las secciones correspondientes a los ensayos de las figuras 7 y 8 se muestran en la figura 9. En la figura 9a, correspondiente a la muestra con la superficie superior del vidrio erosionada, se observa que la fisura cónica parte de la superficie superior del vidrio y penetra aproximadamente unas 200  $\mu\text{m}$  en el material. En la figura 9b, correspondiente a la muestra con la superficie inferior del vidrio erosionada, se observa que las fisuras radiales nacen en la interfase vidrio/zafiro y se propagan hacia la superficie superior de la muestra y hacia los laterales, siguiendo trayectorias radiales. Sin embargo, estas fisuras en ningún caso afloran a la superficie superior de la muestra, quedando por tanto confinadas en una región subsuperficial.

Las cargas críticas para estos dos modos de fractura,  $P_{con}$  y  $P_{rad}$ , se muestran en la figura 10 en



**Figura 6.** Curvas tensión-deformación de indentación de los materiales constituyentes del sistema tricapa estudiado en este trabajo. Los símbolos son los resultados de los ensayos experimentales. En trazo continuo se representan las curvas obtenidas mediante simulación numérica (FEM).

Figure 6. Indentation stress-strain data for constituent materials of the trilayer studied in this work. Data points are experimental results. Solid curves are FEM results.

**Tabla I.** Propiedades mecánicas de los materiales constituyentes incluido el indenter. Coeficientes de Poisson tomados de la literatura

Table I. Mechanical properties for constituent materials and indenter material. Data for Poisson's ratio from literature

	$E$ (GPa)	$\nu$	$Y$ (GPa)	$\alpha$	$\sigma_F$ (GPa)
Vidrio	$73,4 \pm 0,7$	0,22	–	–	$135 \pm 9$
Zafiro	$417 \pm 18$	0,20	–	–	$550 \pm 63$
Policarbonato	$2,23 \pm 0,03$	0,35	0,112	0,050	–
Adhesivo	$3,7 \pm 0,1$	0,35	0,093	0,001	–
Carburo de Wolframio	$626 \pm 12$	0,22	3,37	0,50	–

función del espesor de zafiro. Para cada sistema el valor medio y la desviación standard se han obtenido a partir de 5-10 ensayos. Mientras un aumento en el espesor de zafiro supone un considerable aumento de  $P_{rad}$ , tan sólo implica una ligera disminución en el valor de  $P_{con}$ .

- *Fractura en zafiro.* Si se erosiona la superficie inferior del zafiro las fisuras radiales se desarrollan en el zafiro (Fig. 11), como confirma el análisis post-ensayo de las muestras (Fig. 12). En este caso, la configuración de fisuras es similar a la de las fisuras radiales en vidrio, pero de mayor longitud. En esta ocasión, la fisura nace en la interfase zafiro/policarbonato y crece radial y verticalmente, pero sin penetrar en la capa de vidrio.

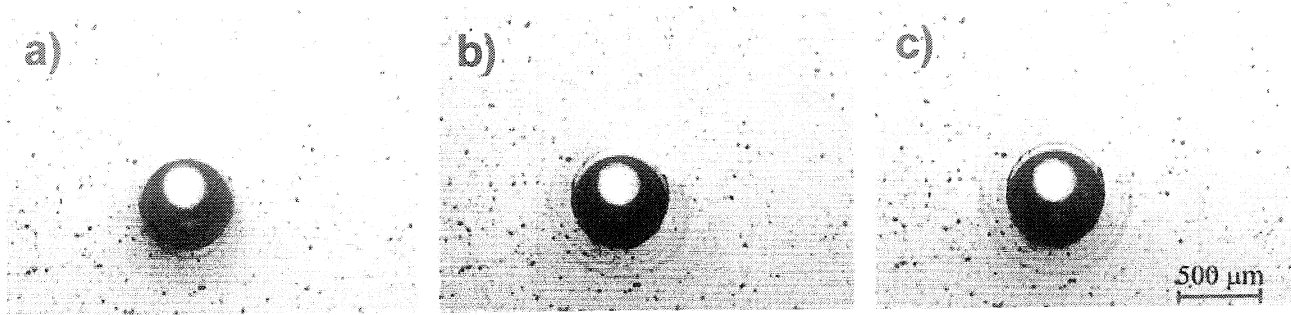
En muestras tricapa sin erosión previa se observa de nuevo la aparición de fisuras radiales

(Fig. 13), pero en este caso de forma catastrófica, con la aparición de innumerables fisuras interconectadas. Observaciones post-ensayo de las muestras correspondientes a esta condición revelan que la fractura tiene lugar en el zafiro. Las cargas críticas de fractura en función del espesor de zafiro para muestras con la superficie inferior del zafiro erosionada y para muestras sin erosión previa se muestran en la figura 14. De nuevo,  $P_{rad}$  aumenta con el espesor de zafiro, siendo en todos los sistemas superior para las muestras sin erosionar.

### 3.2.1. Análisis de tensiones

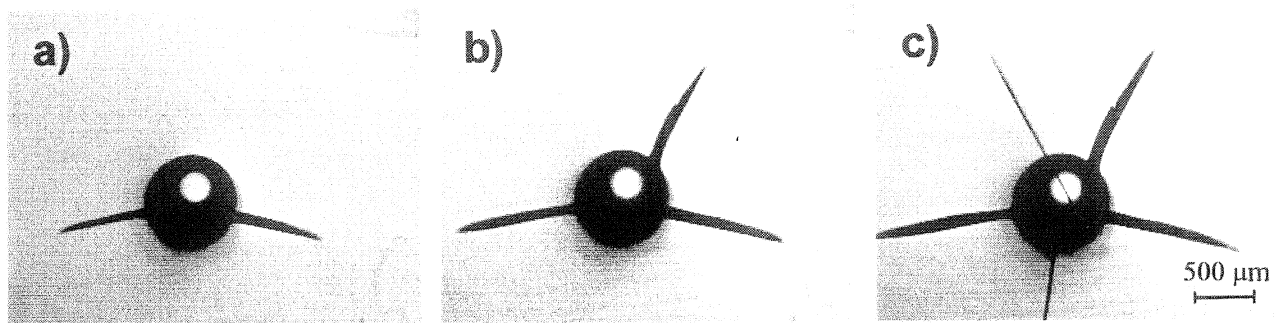
A fin de determinar el campo de tensiones en el sistema tricapa vidrio/zafiro/policarbonato y





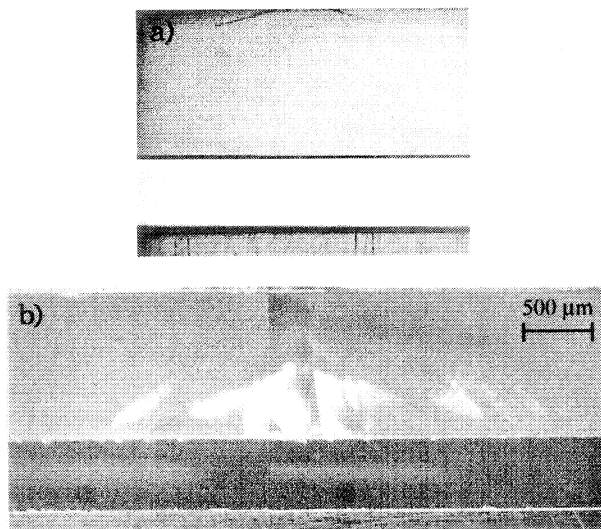
**Figura 7.** Fotografías *in situ* de un ensayo Hertz sobre una muestra vidrio/zafiro/policarbonato ( $d_v = 1$  mm,  $d_z = 0.5$  mm) con la superficie superior del vidrio erosionada. a)  $P = 348$  N, b)  $P = 370$  N y c)  $P = 393$  N.

Figure 7. *In situ* sequence showing crack evolution in trilayer of glass/sapphire/polycarbonate ( $d_v = 1$  mm,  $d_z = 0.5$  mm) with top glass surface abraded. a)  $P = 348$  N, b)  $P = 370$  N y c)  $P = 393$  N.



**Figura 8.** Fotografías *in situ* de un ensayo Hertz sobre una muestra vidrio/zafiro/policarbonato ( $d_v = 1$  mm,  $d_z = 0.5$  mm) con la superficie inferior del vidrio erosionada. a)  $P = 675$  N, b)  $P = 724$  N y c)  $P = 766$  N.

Figure 8. *In situ* sequence showing crack evolution in trilayer of glass/sapphire/polycarbonate ( $d_v = 1$  mm,  $d_z = 0.5$  mm) with bottom glass surface abraded. a)  $P = 675$  N, b)  $P = 724$  N y c)  $P = 766$  N.

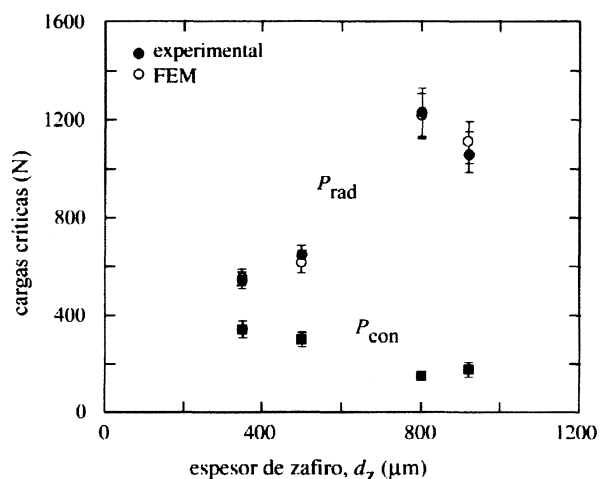


**Figura 9.** Micrografías de sección de las fisuras de las figuras 7 y 8.

Figure 9. Optical micrographs showing crack profiles in sectioned trilayers from figures 7 and 8.

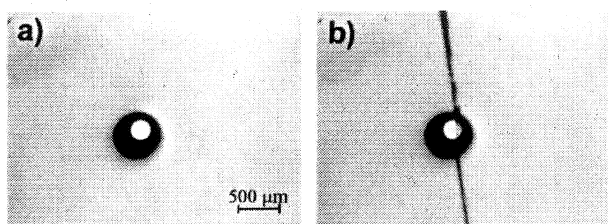
justificar las cargas críticas experimentales para el inicio de fisuras radiales, hemos simulado mediante elementos finitos el contacto entre el sistema tricapa y el indente esférico. Para ello, se ha utilizado el programa ABAQUS®/Standard (Hibbit, Karlsson & Sorensen, Inc.), instalado en una estación de trabajo Silicon Graphics OCTANE™.

El modelo utilizado simula el contacto sin fricción entre una semiesfera de carburo de wolframio ( $r = 3,18$  mm) y la superficie plana del material problema. La simetría axial del contacto permite reducir el problema tridimensional a uno bidimensional. El indente semiesférico se ha simulado utilizando una malla que consta de 5263 elementos axilimétricos de cuatro nodos (CAX4) [17]. El mallado del material, un disco 8 mm de radio y 14 mm de espesor, consta de 58755 elementos del mismo tipo. Las dimensiones mínimas de los elementos en las proximidades de las interfaces es de  $4 \times 8 \mu\text{m}$  en el vidrio, zafiro y policarbonato y de  $2 \times 8 \mu\text{m}$  en el adhesivo.



**Figura 10.** Cargas críticas en el vidrio de tricapas vidrio/zafiro/policarbonato en función del espesor de zafiro.

Figure 10. Critical loads in glass as function of sapphire thickness in glass/sapphire/polycarbonate trilayers.



**Figura 11.** Fotografías *in situ* de un ensayo Hertz sobre una muestra vidrio/zafiro/policarbonato ( $d_v = 1$  mm,  $d_z = 0,5$  mm) con la superficie inferior del zafiro erosionada. Ambos fotogramas corresponden a  $P = 435$  N.

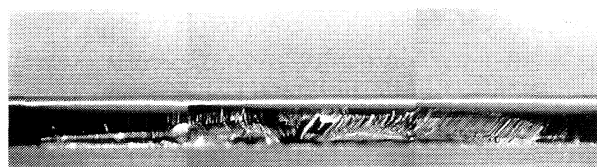
Figure 11. *In situ* sequence showing crack evolution in trilayer of glass/sapphire/polycarbonate ( $d_v = 1$  mm,  $d_z = 0.5$  mm) with bottom sapphire surface abraded. a) and b) are consecutive video frames at  $P = 435$  N.

Por simplicidad, se ha supuesto que los materiales deforman plásticamente de acuerdo con la condición de tensión de cizalladura crítica (Tresca) y que presentan un endurecimiento por deformación lineal<sup>[28-31]</sup>. Es decir, se supone una forma bilineal para la curva tensión deformación uniaxial, en la forma

$$\sigma = E\varepsilon \quad (\sigma < Y) \quad (4)$$

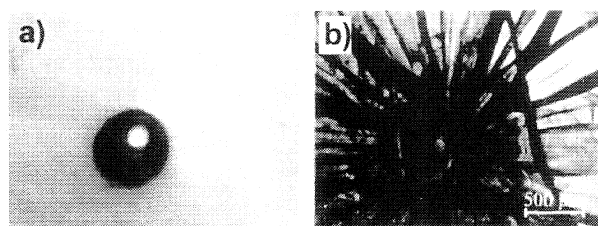
$$\sigma = Y + \alpha(\varepsilon E - Y) \quad (\sigma > Y) \quad (5)$$

donde  $\alpha$  es una magnitud adimensional que mide el endurecimiento por deformación del material. El valor del parámetro de endurecimiento,  $\alpha$ , varía entre 0 (comportamiento totalmente plástico) y 1 (comportamiento elástico ideal). Los valores de  $E$  e  $Y$  se han determinado como se indica en la sec-



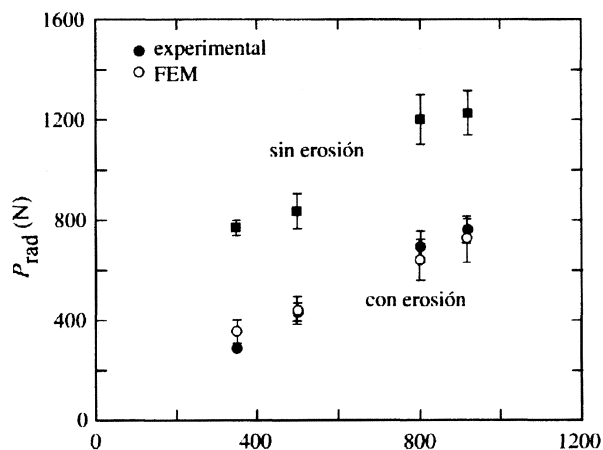
**Figura 12.** Micrografías de sección de la fisura radial de las figuras 11.

Figure 12. Optical micrograph showing crack profile in sectioned trilayer from figure 11.



**Figura 13.** Fotografías *in situ* de un ensayo Hertz sobre una muestra vidrio/zafiro/policarbonato ( $d_v = 1$  mm,  $d_z = 0,5$  mm) sin erosión previa. Ambos fotogramas corresponden a una carga  $P = 949$  N.

Figure 13. *In situ* sequence showing crack evolution in trilayer of glass/sapphire/polycarbonate ( $d_v = 1$  mm,  $d_z = 0.5$  mm) with unabraded surfaces. a) and b) are consecutive video frames at  $P = 949$  N.



**Figura 14.** Cargas críticas de fractura en zafiro en función del espesor de la capa de zafiro.

Figure 14. Critical loads for fracture in sapphire layers as function of sapphire.

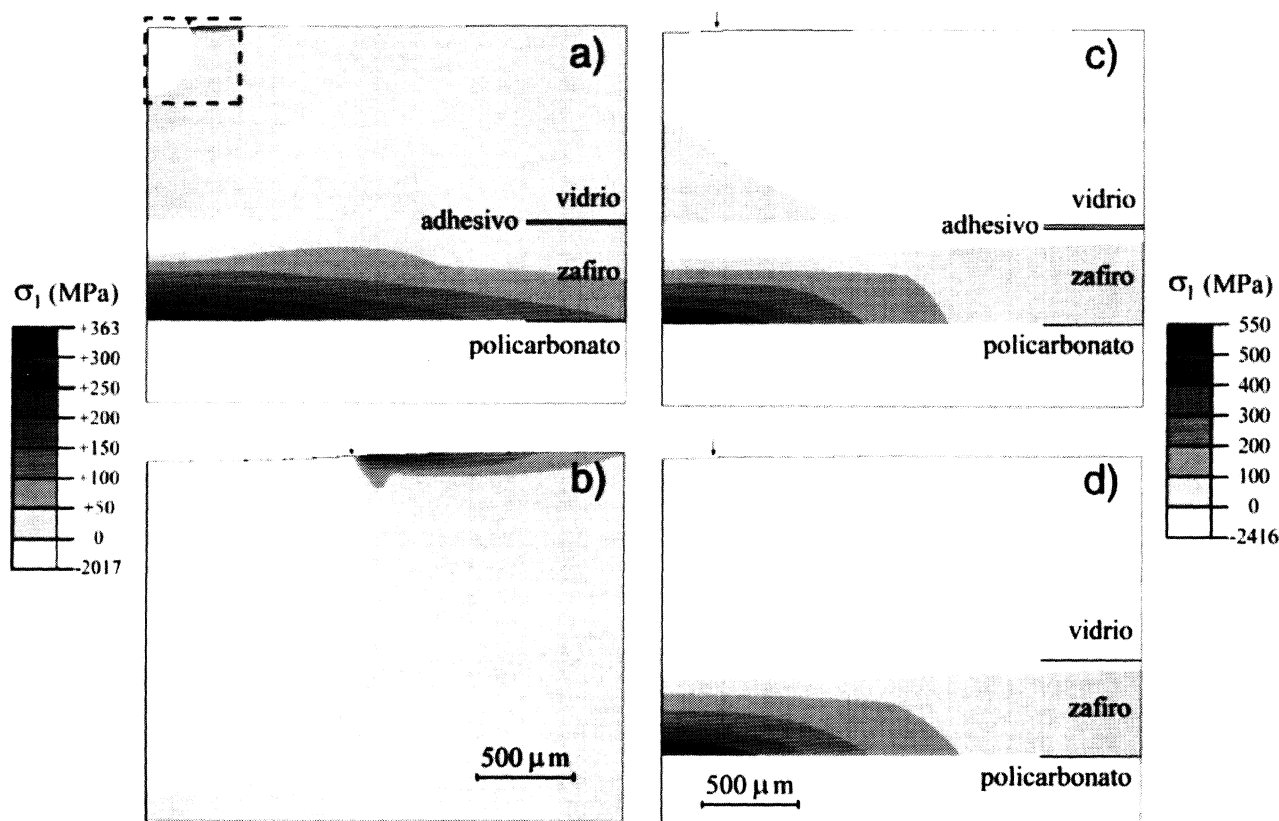
ción 3.2, mientras que el parámetro  $\alpha$  se obtiene mediante simulación. El método para la determinación de  $\alpha$  se basa en la reproducción mediante simulación de las curvas tensión-deformación obtenidas experimentalmente. Para ello se introduce en el fichero de entrada de ABAQUS  $n$ ,  $E$ ,  $Y$

(tabla I) y un valor de  $\alpha$  comprendido entre 0 y 1. Si la curva tensión-deformación resultante de la simulación no se ajusta a la curva experimental se repite el procedimiento utilizando otro valor de  $\alpha$ , que corrija las desviaciones observadas. Los valores de  $\alpha$  obtenidos por este procedimiento iterativo se muestran en la tabla I y las curvas tensión-deformación correspondientes en la figura 6 junto con los datos experimentales.

Conocidos los parámetros de entrada, las simulaciones se utilizan para computar las tensiones principales  $\sigma_1 \geq \sigma_2 \geq \sigma_3$  en los sistemas tricapas. La tensión  $\sigma_1$  es la responsable de la aparición de las fisuras cónicas, mientras que las fisuras radiales están gobernadas por la tensión  $\sigma_2$  [32]. En la figura 15(a) se muestra un diagrama de contorno correspondiente a la tensión  $\sigma_1$  para el tricapa vidrio/zafiro/policarbonato ( $d_v = 1$  mm,  $d_z = 0,5$  mm y  $h = 10$   $\mu$ m). Se observa que las tensiones de tracción están localizadas en el vidrio y en el zafiro, permaneciendo el policarbonato en compresión. En el vidrio las tensiones más elevadas se localizan justo

en el exterior de la zona de contacto (Fig. 15(b)), mientras que en el zafiro se localizan en las proximidades del eje de carga junto a la interfase zafiro/policarbonato. Las tensiones de tracción en el zafiro pueden observarse más claramente en la figura 15(c), en la que se muestra un diagrama de contorno correspondiente a la tensión principal  $\sigma_2$ . Las tensiones de tracción en la superficie inferior del vidrio y zafiro son las responsables de las fisuras radiales que se generan cuando se erosionan esas superficies. Se trata de tensiones similares a las generadas en una lámina sometida a flexión. Las tensiones de tracción en el zafiro son debidas a la deformación del policarbonato mientras que las tensiones de tracción en el vidrio tienen su origen en la deformación de la fina capa de adhesivo localizada entre el vidrio y el zafiro. De hecho, cuando se elimina el adhesivo, la superficie inferior del vidrio está sometida a compresión, como se observa en el contorno de la figura 15(d).

Los resultados de las simulaciones mediante elementos finitos pueden utilizarse para predecir



**Figura 15.** Contornos de las tensiones principales en el sistema vidrio/zafiro/policarbonato ( $d_v = 1$  mm,  $d_z = 0,5$  mm) para  $P = 435$  N y  $r = 3,18$  mm. a) y b)  $\sigma_1$  para muestras con adhesivo  $h = 10$   $\mu$ m, c)  $\sigma_2$  para muestras con adhesivo  $h = 10$   $\mu$ m y d)  $\sigma_2$  para muestras sin adhesivo.

*Figure 15. FEM-generated stress contours in glass/sapphire/polycarbonate trilayers ( $d_v = 1$  mm,  $d_z = 0.5$  mm) for  $P = 435$  N and  $r = 3.18$  mm. a) and b)  $\sigma_1$  for a sample with glass/sapphire adhesive,  $h = 10$   $\mu$ m, c)  $\sigma_2$  for a sample with glass/sapphire adhesive,  $h = 10$   $\mu$ m and d)  $\sigma_2$  for a sample without glass/sapphire adhesive.*

las cargas críticas para el inicio de fisuras radiales en vidrio y zafiro aplicando el criterio de tensión crítica. De acuerdo con este criterio, la fractura se produce cuando la tensión responsable de la fisura iguala la resistencia a la fractura del material<sup>[32]</sup>. Para determinar  $P_c$ , en primer lugar se representa gráficamente el valor de  $\sigma_2$ , en el nodo situado en el punto en el que se inicia la fisura, frente a la carga aplicada (Fig. 16), para a continuación determinar el valor de la carga correspondiente a una tensión igual a la resistencia a fractura del material (tabla I). Los valores de  $P_{rad}$  obtenidos mediante FEM se han incluido en la figura 10 y en la figura 14 para su comparación con los valores experimentales.

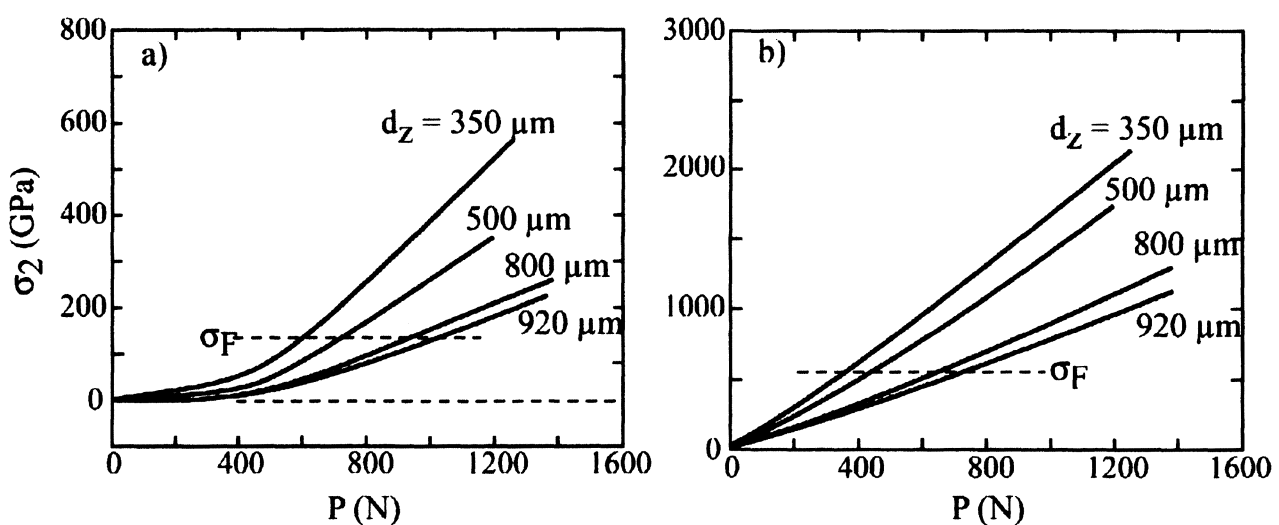
#### 4. DISCUSIÓN

En este estudio se han utilizado ensayos de indentación Hertz para caracterizar la respuesta mecánica de materiales dentales, tanto monolíticos como sistemas multicapa prototipo. Las dos variables más características del ensayo, radio del indente y carga aplicada, representan variables de interés clínico, radio de curvatura de las piezas dentales y fuerza puesta en juego durante la masticación.

En relación a los cerámicos dentales, se han observado dos modos de daño por contacto: fisuras cónicas que se originan en la región sometida a tensiones de tracción fuera del círculo de contacto y cuasi-plasticidad en una región subsuperficial so-

metida a fuertes tensiones hidrostáticas y de cizalladura. Los resultados muestran que el modo de daño generado en cada material depende de su microestructura. Por ejemplo, en los vidrios cerámicos se observa una transición frágil-dúctil al aumentar el tamaño de las plaquetas de mica. Esta transición se refleja en una mayor desviación de la curva tensión-deformación respecto del comportamiento lineal y en el hecho de que las fisuras cónicas dominen en el F-MGC mientras que en el C-MGC domina la deformación subsuperficial localizada. En este último caso, las fisuras anillo se deflecan a lo largo de las interfases débiles, alejándose de las regiones sometidas a tracción, lo que imposibilita su desarrollo hacia la configuración de fisura cónica.

Las curvas  $P_Y(r)$  y  $P_{con}(r)$  (Fig. 5) tienen un gran interés desde el punto de vista clínico. El carácter monótono creciente de estas curvas revela la disminución de la concentración de tensiones al aumentar el radio del indente<sup>[11, 33 y 34]</sup>. Las “zonas sombreadas” representan el rango de tensiones involucrado en el proceso de masticación. Como puede apreciarse, los vidrios cerámicos presentan tendencia a la deformación mientras que en la porcelana se desarrollan fisuras cónicas, sugiriendo la susceptibilidad de estos materiales a la fractura. En el caso de la alumina infiltrada con vidrio y la zirconia policristalina, las curvas  $P_Y$  solapan ligeramente la “zona sombreada”, siendo la diferencia entre  $P_c$  y  $P_Y$  mayor que en los vidrios



**Figura 16.** Tensión principal en la superficie inferior del a) vidrio y b) zafiro en función de la carga de indentación  $P$ . La resistencia de los materiales (tabla I) se indican mediante líneas en trazo discontinuo.

Figure 16. FEM-generated plots of tensile stresses  $s_2$  in bottom surfaces of a) glass and b) sapphire layers in glass/sapphire/polycarbonate structures as function of  $P$ . Dashed lines are strengths (from table I).

cerámicos. Es decir, la alumina y la zirconia son más tolerantes al daño por contacto que los vidrios cerámicos y la porcelana, por lo que en principio serían mucho más adecuados para aplicaciones dentales. Sin embargo, carecen de las cualidades estéticas que posee el esmalte dental. Por ello, en las restauraciones dentales, estos materiales se utilizan como capas intermedias que son recubiertas principalmente con porcelana, para simular el aspecto externo de las piezas dentales naturales.

Si bien las estructuras multicapas ofrecen mayor tolerancia al daño por contacto que cualquiera de sus materiales constituyentes, están también sujetas a nuevos modos de daño que pueden provocar la fractura catastrófica del sistema. En el estudio de sistemas multicapas para aplicaciones dentales, el sistema vidrio/zafiro/policarbonato resulta ser ideal, ya que la transparencia de sus constituyentes hace posible la observación *in situ* de la evolución del daño generado por contacto.

Como consecuencia de las diferencias en el comportamiento elástico-plástico de los materiales constituyentes (figura 6 y tabla I) se pueden desarrollar en los recubrimientos frágiles hasta tres modos de fractura diferentes: fisuras cónicas en el vidrio, fisuras radiales en el vidrio y fisuras radiales en el zafiro. Un factor determinante en la fractura del material tricapa es el estado superficial, que controla la carga crítica, el tipo de fisura que se genera e incluso la localización de la fisura. Los perfiles de fisuras (Figs. 9 y 12) permiten confirmar el origen de las fisuras además de proporcionar información sobre su morfología. Mientras que las fisuras cónicas son poco profundas, las fisuras radiales se extienden a lo largo de grandes distancias, especialmente en el zafiro. Sin embargo, pese a su longitud, las fisuras radiales permanecen confinadas bajo la superficie. En muestras sin erosión se inician fisuras radiales en el zafiro a cargas más elevadas y con morfologías más complejas. Incluso en este último caso, las fisuras radiales no llegan hasta la superficie superior lo que sugiere que estas estructuras multicapa poseen un cierto grado de tolerancia al daño por contacto. Conviene mencionar que las fisuras radiales son especialmente peligrosas ya que son indetectables en una inspección rutinaria si los materiales son opacos, como sucede en las restauraciones dentales. Además, la disposición de estas fisuras es desfavorable, ya que están orientadas normalmente a las tensiones de tracción generadas en cualquier flexión posterior, lo que favorecería su crecimiento provocando finalmente la fractura catastrófica del sistema.

La aparición de las fisuras radiales es más sensible al espesor de zafiro que las cónicas. Además  $P_{rad}(vidrio) > P_{rad}(zafiro) > P_{con}$ , excepto para  $d_z = 350 \mu m$  donde  $P_{rad}(zafiro) < P_{con}$ . Por tanto, si la superficie superior del vidrio está sin erosionar, el primer modo de fractura es la fisura radial en el vidrio o zafiro dependiendo del estado superficial. De hecho, si las superficies inferiores del vidrio y zafiro han sido preparadas de la misma forma (erosionadas o sin erosionar) las fisuras radiales se formarán en el zafiro. Por tanto, la capa de zafiro a pesar de su mayor rigidez y resistencia a la fractura es la más susceptible a fractura. Esto sugiere la necesidad de optimizar la resistencia de la capa intermedia utilizada en las restauraciones dentales para conferir rigidez al sistema.

La morfología de las fisuras y las cargas críticas pueden ser justificadas cuantitativamente utilizando los resultados de la simulación numérica, FEM. La forma alargada de los contornos  $\sigma_2$  (figura 15c) es compatible con los perfiles de fisura observados en la figura 9 y en la figura 12. Además, las cargas críticas obtenidas mediante FEM están en buen acuerdo con las obtenidas experimentalmente, como se observa en la figura 10 y en la figura 14. Conviene mencionar que para determinar  $P_{rad}$  hemos aplicado el criterio de tensión crítica (subsección 3.2.1), sólo válido si el campo de tensiones es uniforme en la región correspondiente al defecto precursor de la fisura. Por ello, de acuerdo con los contornos de la figura 15c, el criterio sólo es aplicable a las fisuras radiales gobernadas por la tensión principal  $\sigma_2$ , pero no para las fisuras cónicas (ver gradiente de la tensión  $\sigma_1$  en las figuras 15a y b).

Los resultados de la simulación numérica son especialmente valiosos al demostrar la extraordinaria influencia de la delgada capa de adhesivo entre el vidrio y el zafiro en la respuesta mecánica del sistema. La eliminación de dicha capa supone una modificación drástica del campo de tensiones, con consecuencias muy beneficiosas, ya que evitaría la aparición de fisuras radiales en la capa de vidrio, para los espesores estudiados.

Nuestro trabajo prueba que la realización de ensayos de indentación, Hertz, junto con la simulación numérica mediante elementos finitos constituyen un método autoconsistente para la caracterización mecánica de materiales multicapas. La selección de un sistema modelo constituido por materiales transparentes no resta validez al método. Efectivamente, una vez probada la validez del algoritmo utilizado en la simulación, se puede

extender al estudio de sistemas constituidos por otros materiales, utilizando diversas variables (espesores de las capas, disposición, módulos elásticos, resistencia a la fractura de los componentes frágiles, tensión de límite elástico de los componentes dúctiles...) e incluso con geometrías más complejas.

### Agradecimientos

Los autores expresan su agradecimiento a los coautores de trabajos cuyos resultados se recogen en este estudio, en particular a los doctores B. R. Lawn y I. P. Petterson. También agradecen la subvención del proyecto DCICYT MAT97-0562-C02-02, así como la ayuda recibida de la Comisión de Intercambio Cultural, Educativo y Científico entre España y los Estados Unidos de América (PO1 DE10976).

### REFERENCIAS

- [1] L. PROBSTER y J. DIEHL, *Quintessence Dent. Technol.* 23 (1992) 25-31.
- [2] L. PROBSTER, *Int. J. Prosthodont.* 6 (1993) 259-263.
- [3] S. RINKE, A. HULS y L. JAHN, *Int. J. Prosthodont.* 8 (1995) 303-310.
- [4] R.A. GIORDANO, *Compendium* 17 (1996) 779-794.
- [5] H. HORNBERGER, P. MARQUIS, S. CHRISTIAANSEN y H. STRUNK, *J. Mater. Res.* 11 (1996) 855-858.
- [6] Y.G. JUNG, S. WUTTIPHAN, I.M. PETERSON y B.R. LAWN, *J. Dent. Res.* (1999) 887-897.
- [7] I.M. PETERSON, A. PAJARES, B.R. LAWN, V. THOMPSON y E. REKOW, *J. Dent. Res.* 77 (1998) 589-602.
- [8] R. DELONG y W.H. DOUGLAS, *J. Dent. Res.* 62 (1983) 32-36.
- [9] J.A. HANKINSON y E.G. CAPPETTA, *Int. J. Periodontal Rest. Dent.* 14 (1994) 138-153.
- [10] W.P. KELSEY, T. CAVEL, R.J. BLANKENAU, W.W. BARKMEIER, T.M. WILWERDING y M.A. LATTA, *Am. J. Dent.* 8 (1995) 259-262.
- [11] D. TABOR, *Hardness of Metals*, Clarendon Oxford, 1951.
- [12] B.R. LAWN, N.P. PADTURE, H. CHAI y F. GUIBERTEAU, *Science* 263 (1994) 1114-1116.
- [13] F. GUIBERTEAU, N.P. PADTURE y B.R. LAWN, *J. Am. Ceram. Soc.* 77 (1994) 1825-1831.
- [14] A. PAJARES, L. WEI, B.R. LAWN y D.B. MARSHALL, *J. Mater. Res.* 10 (1995) 2613-2625.
- [15] M. BELMONTE y S.H. LEE, *J. Mater. Sci. Lett.* 16 (1997) 379-381.
- [16] B.R. LAWN, *J. Am. Ceram. Soc.* 81 (1998) 1977-1994.
- [17] P. MIRANDA, A. PAJARES, F. GUIBERTEAU, F.I. CUMBRERA y B.R. LAWN, *J. Mater. Res. env.* (2000).
- [18] T.O. MULHEARN, *J. Mechan. Phys. Solids* 7 (1959) 85-96.
- [19] F. GUIBERTEAU, N.P. PADTURE, H. CHAI y B.R. LAWN, *Phil. Mag.* 68 (1993) 1003-1016.
- [20] M.V. SWAIN y B.R. LAWN, *Physica Status Solidi* 35 (1969) 909-923.
- [21] M.V. SWAIN, J.T. HAGAN, *J. Phys D: Appl. Phys.* 9 (1976) 2201-2214.
- [22] H. CHAI, M.A.S. KALCEFF y B.R. LAWN, *J. Mater. Res.* 9 (1994) 762-770.
- [23] H.H. HERTZ, *Hertz's miscellaneous Papers*, Macmillan, London (1896).
- [24] S. TIMOSHENKO y J.N. GOODIER, *Theory of elasticity*, McGraw Hill New York (1951).
- [25] R.M. DAVIES, *Proc. R. Soc. London* 197(A) (1949) 416-432.
- [26] N.P. PADTURE y B.R. LAWN, *J. Am. Ceram. Soc.* 78 (1995) 1431-1438.
- [27] A.G. MIKOSZA y B.R. LAWN, *J. Appl. Phys.* 42 (1971) 5540-5545.
- [28] A. FISCHER-CRIPPS y B.R. LAWN, *J. Am. Ceram. Soc.* 79 (1996) 2609-2618.
- [29] A. FISCHER-CRIPPS, B. LAWN, A. PAJARES y L. WEI, *J. Am. Ceram. Soc.* 79 (1996) 2619-2625.
- [30] S. WUTTIPHAN, A. PAJARES, B.R. LAWN, C. BERNDT, *Thin Solid Films* 293 (1997) 251-260.
- [31] B.R. LAWN y D.B. MARSHALL, *J. Mech. Phys.* 46 (1998) 85-113.
- [32] H. CHAI y B.R. LAWN, *J. Mater. Res.* 14 (1999) 3805-3817.
- [33] B.R. LAWN y T.R. WILSHAW, *J. Mater. Sci.* 10 (1975) 1049-1081.
- [34] B.R. LAWN, *Fracture of Brittle Solids*, Cambridge University Press, (1993).