



UNIVERSITAT  
POLITÈCNICA  
DE VALÈNCIA



ESCUOLA TÉCNICA  
SUPERIOR INGENIERÍA  
INDUSTRIAL VALENCIA

Curso Académico:

ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE  
TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

## **AGRADECIMIENTOS**

Todo trabajo realizado no es obra única del autor que lo realiza, es también perteneciente a todas aquellas personas que, de una forma u otra, han colaborado en su desarrollo. Por este motivo quiero mostrar mi agradecimiento en el presente apartado.

En primer lugar, quiero agradecer a Rut Benavente Martínez, tutora de este proyecto, por su perseverancia, su paciencia y su atención y dedicación con este trabajo y conmigo, desde la primera reunión hasta la última. Así como a Amparo Borrell Tomás, por sus consejos, tanto operativos, como en la búsqueda de bibliografía. Sin su ayuda, este proyecto no habría sido posible.

Al Departamento de Ingeniería Mecánica y de Materiales de la UPV, por permitirme desarrollar mi última experiencia del grado con ellos.

Y, por último, agradecer a mis padres y a mi hermano, por su apoyo incondicional y por haber estado presente en los momentos más importantes de mi vida, tanto en los buenos, como en los malos. Sin su consejo y sostén no habría llegado a conseguir nada en la vida.

En definitiva, estos han sido los pilares en los que me he apoyado para llevar a cabo mi Trabajo Fin de Grado y por ello he querido mostrar mi agradecimiento.

## **RESUMEN**

El presente Trabajo Fin de Grado se centra en la obtención de materiales cerámicos de circona para aplicaciones biomédicas, concretamente en la fabricación de implantes dentales mediante técnica de sinterización no-convencional por microondas con el objetivo de obtener un material con propiedades superiores a las que se obtendría por métodos convencionales.

La diferencia principal entre la sinterización convencional y no-convencional mediante microondas radica en el tipo de calentamiento. Un horno convencional calienta el material cerámico por las vías habituales: convección, conducción y radiación, elevando la temperatura de la cerámica en un gradiente térmico de fuera a dentro de la pieza. Sin embargo, un horno microondas emplea ondas electromagnéticas para sinterizar el material de dentro a fuera, permitiendo que se forme un material más homogéneo, con un tamaño de grano similar al de los polvos de partida y una densidad muy próxima a la teórica.

Empleando tecnología de microondas se consigue reducir el tiempo de procesamiento y la energía empleada. De esta manera, además de obtener una cerámica superior, se consigue aumentar los beneficios en comparación con su procesamiento habitual en horno convencional, donde los tiempos de procesamiento son muy superiores. También cabe destacar que la reducción de consumo energético y de tiempos de elaboración, redundan en un menor impacto ambiental.

Para corroborar todas estas características, se ha realizado un estudio en el que se ha comparado las propiedades mecánicas, la microestructura y la densificación de circonas obtenidas por microondas y por horno convencional.

Las cerámicas procesadas mediante tecnología de microondas se han sinterizado a 1200 y a 1300 °C con estancias de 10 minutos a la máxima temperatura, variando el uso y la forma del suscepto de SiC. Mientras que las sinterizadas en horno convencional se han realizado a 1300 y a 1400 °C con un tiempo de permanencia de 1 hora a la máxima temperatura.

## **RESUM**

El present Treball Fi de Grau es centra en l'obtenció de materials ceràmics de zircona per a aplicacions biomèdiques, concretament a la fabricació d'implants dentals mitjançant tècniques de sinterització no-convencionals per microones amb l'objectiu d'obtenir un material amb propietats superiors a les que s'obtidria per mètodes convencionals.

La diferència principal entre la sinterització convencional i no-convencional mitjançant microones rau en el tipus d'escalfament. Un forn convencional escalfa el material ceràmic per les vies habituals: convecció, conducció i radiació, elevant la temperatura de la ceràmica en un gradient tèrmic de fora a dins de la peça. No obstant això, un forn microones emprava ones electromagnètiques per sinteritzar el material de dins a fora, permetent que es formi un material més homogeni, amb una mida de gra similar el dels pols de partida i una densitat molt propera a la teòrica.

Emprant tecnologia de microones s'aconsegueix reduir el temps de processament i l'energia emprada. D'aquesta manera, a més d'obtenir una ceràmica superior, s'aconsegueix augmentar els beneficis en comparació del seu processat habitual en forn convencional, on els temps de processament són molt superiors. També cal destacar que la reducció de consum energètic i de temps d'elaboració, redunda en un menor impacte ambiental.

Per corroborar totes aquestes característiques, s'ha realitzat un estudi en el qual s'ha comparat les propietats mecàniques, la microestructura i la densificació de zircons obtingudes per microones i per forn convencional.

Les ceràmiques processades mitjançant tecnologia de microones s'han sinteritzat a 1200 i a 1300 ° C amb estades de 10 minuts a la màxima temperatura, variant l'ús i la forma de l'susceptor de SiC. Mentre que les sinteritzades en forn convencional s'han realitzat a 1300 i a 1400 ° C amb un temps de permanència d'1 hora a la màxima temperatura.

## **ABSTRACT**

This Final Degree Project focuses on obtaining zirconia ceramic materials for biomedical applications, specifically in the manufacture of dental implants using non-conventional microwave sintering techniques with the aim of obtaining a material with superior properties to those that would obtain by conventional methods.

The main difference between conventional and non-conventional microwave sintering lies in the type of heating. A conventional kiln heats the ceramic material in the usual ways: convection, conduction, and radiation, raising the temperature of the ceramic in a thermal gradient from outside to inside the piece. However, a microwave oven uses electromagnetic waves to sinter the material from inside to outside, allowing a more homogeneous material to form, with a grain size like that of the starting powders and a density very close to the theoretical one.

Using microwave technology, it is possible to reduce the processing time and the energy used. In this way, in addition to obtaining a superior ceramic, it is possible to increase the benefits compared to its usual processing in a conventional kiln, where the processing times are longer. It should also be noted that the reduction in energy consumption and processing times results in a lower environmental impact.

To corroborate all these characteristics, a study has been carried out in which the mechanical properties, microstructure and densification of zircons obtained by microwaves and by conventional furnaces have been compared.

The ceramics processed using microwave technology have been sintered at 1200 and 1300 ° C with stays of 10 minutes at maximum temperature, varying the use and shape of the SiC susceptor. While those sintered in a conventional furnace have been carried out at 1300 and 1400 ° C with a residence time of 1 hour at the maximum temperature.

## Contenido

CAPITULO 1: INTRODUCCIÓN.....	12
1.1. OBJETIVOS .....	14
1.2 PLANIFICACION.....	14
1.3 ANTECEDENTES .....	15
1.3.1 BIOMATERIALES CERÁMICOS Y SUS APLICACIONES ODONTOLÓGICAS.....	15
1.3.2 LA CIRCONA COMO BIOMATERIAL. PROPIEDADES .....	17
1.3.3 CONCEPTOS TEÓRICOS DE LA SINTERIZACIÓN DE POLVOS CERÁMICOS .....	20
1.3.4 SINTERIZACION NO-CONVENCIONAL MEDIANTE MICROONDAS.....	23
CAPITULO 2: METODOLOGÍA EXPERIMENTAL .....	30
2.1 EQUIPOS DE SINTERIZACION .....	32
2.1.1 SINTERIZACIÓN EN HORNO CONVENCIONAL.....	32
2.1.2 SINTERIZACIÓN POR MICROONDAS .....	32
2.2 MEDIDA DE LA EMISIVIDAD.....	33
2.3 MATERIAL DE PARTIDA.....	33
2.4 DIFRACCION DE RAYOS X.....	34
2.5 DENSIDAD APARENTE DE LA MUESTRA .....	35
2.6 PREPARACIÓN METALGRÁFICA .....	36
2.6.1 SELECCIÓN DE MUESTRA.....	36
2.6.2. PREPARACIÓN DE LA PROBETA .....	36
2.7 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA.....	38
2.7.1 ENSAYO DE DUREZA VICKERS.....	39
2.7.2 TENACIDAD A FRACTURA .....	40
2.8 MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO (MEB) .....	42
CAPÍTULO 3: RESULTADOS .....	45
3.1 PROCESO DE SINTERIZACION .....	48
3.1.1 EMISIVIDAD DE LAS MUESTRAS .....	48
3.1.2 SINTERIZACION DE LAS MUESTRAS .....	49
3.2 DETERMINACION DE LAS FASES PRESENTES.....	51
3.3 DENSIDAD DE LAS MUESTRAS.....	53
3.4 TAMAÑO DE GRANO .....	53
3.5 PROPIEDADES MECANICAS .....	55
3.5.1 ENSAYO DE DUREZA VICKERS.....	55
3.5.2 TENACIDAD A FRACTURA .....	56

ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE  
TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

CAPITULO 4: PRESUPUESTO .....	59
4.1 EQUIPO .....	61
4.2 MEDICIONES .....	61
4.3 CUADRO DE PRECIOS UNITARIOS.....	64
4.4 PRESUPUESTOS PARCIALES .....	66
4.5 PRESUPUESTO TOTAL DEL PROYECTO.....	67
CAPITULO 5: CONCLUSIONES .....	69
CAPITULO 6: TRABAJO FUTURO .....	73
BIBLIOGRAFÍA .....	76

## INDICE DE FIGURAS

Figura 1. 1 Diferencias entre un diente natural y un implante. ....	15
Figura 1. 2 Estructura cristalográfica de la circona .....	18
Figura 1. 3 Diagrama de fases del Y-TZP .....	19
Figura 1. 4 Aumento de tenacidad por transformación de fase .....	20
Figura 1. 5 Mecanismos de transporte de materia durante la sinterización: a) crecimiento de grano y cambio de forma del poro, b) densificación y c) secuencia que ilustra el movimiento del material y que conduce a la contracción y a la densificación .....	21
Figura 1. 6 a) Fase inicial de la sinterización y b) Fase inicial de la sinterización empleando el modelo de las dos esferas .....	22
Figura 1. 7 a) Fase intermedia y b) Fase final de la sinterización .....	22
Figura 1. 8 Espectro electromagnético de la luz .....	23
Figura 1. 9 Interacción de los materiales con las microondas: a) transparente, b) opaco, c) translucido .....	24
Figura 1. 10 Orientación de las moléculas de un material a) en estado natural y b) bajo la acción de un campo eléctrico externo .....	25
Figura 1. 11 Moléculas variando su orientación debido a un cambio constante del campo eléctrico..	26
Figura 1. 12 Ejemplo de calentamiento híbrido .....	27
Figura 2. 1 Horno convencional marca Carbolite Gero 30-3000.....	32
Figura 2. 2 Microondas de cavidad circular.....	32
Figura 2. 3 Esquema de la difracción de rayos X sobre una muestra .....	34
Figura 2. 4 Balanza de precisión .....	35
Figura 2. 5 Cortadora de hilo de diamante .....	36
Figura 2. 6 Embutidora .....	37
Figura 2. 7 Microscopio óptico.....	38
Figura 2. 8 Esquema del ensayo Vickers.....	39
Figura 2. 9 Microdurómetro modelo HMV 20.....	40
Figura 2. 10 Método IF para determinar la tenacidad a fractura de un material: a) imagen extraída por microscopía óptica de la huella creada por microindentación y b) imagen teórica del método empleado .....	41
Figura 2. 11 Morfología de los tipos de grieta: a) grieta de Palmqvist y b) grieta semielíptica.....	42
Figura 2. 12 Diferencias entre MEB y un microscopio óptico .....	42
Figura 3. 1 Implantes dentales antes del proceso de sinterización .....	47

ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE  
TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

Figura 3. 2 Imagen de un pirómetro óptico y un controlador.....	48
Figura 3. 3 Gráfico comparativo de los dos métodos de sinterización: horno convencional (azul) y horno microondas (naranja) .....	50
Figura 3. 4 Implante dental después de la sinterización .....	50
Figura 3. 5 Difractograma del polvo de partida .....	51
Figura 3. 6 Difractograma de las muestras sinterizados en horno convencional .....	52
Figura 3. 7 Difractograma de las muestras sinterizadas en horno microondas.....	52
Figura 3. 8 Gráfico comparativo entre la densidad relativa del material y el tipo de procesado al se ha sometido.....	53
Figura 3. 9 Tamaño de grano de las muestras obtenidas con el método de microondas: a) MW-1200 y b) MW-1300. ....	54
Figura 3. 10 Tamaño de grano de las muestras obtenidas en el horno convencional: a) HC-1300 y b) HC-1400.....	54
Figura 3. 11 Gráfico comparativo de la dureza Vickers del material. ....	56
Figura 3. 12 Gráfico comparativo de la tenacidad del material para los dos métodos de procesado y temperaturas.....	57

## INDICE DE TABLAS

Tabla 1. 1 Aplicaciones de biomateriales .....	16
Tabla 1. 2 Propiedades mecánicas de biocerámicas .....	17
Tabla 1. 3 Propiedades de la circona Y-TZP .....	20
Tabla 2. 1 Características del material de partida .....	33
Tabla 3. 1 Nomenclatura establecida para el proyecto .....	47
Tabla 3. 2 Emisividad de la circona a distas temperaturas .....	49
Tabla 3. 3 Potencia consumida por cada método de sinterización.....	50
Tabla 3. 4 Tamaño de grano de los implantes dentales según el método de sinterización .....	55
Tabla 4. 1 Coste del equipo utilizado en el proyecto .....	61
Tabla 4. 2 Mediciones de la mano de obra .....	62
Tabla 4. 3 Mediciones de las herramientas de laboratorio utilizadas .....	62
Tabla 4. 4 mediciones de reactivos y productos .....	62
Tabla 4. 5 Mediciones de la energía eléctrica consumida.....	62
Tabla 4. 6 Mediciones de los servicios técnicos que se han utilizado.....	63
Tabla 4. 7 Cuadro de precios unitarios de la mano de obra .....	64
Tabla 4. 8 Cuadro de precios unitarios de las herramientas del laboratorio .....	64
Tabla 4. 9 Cuadro de precios unitarios de reactivos y productos .....	65
Tabla 4. 10 cuadro de precios unitarios de la energía eléctrica.....	65
Tabla 4. 11 Cuadro de precios unitarios de los servicios técnicos .....	65
Tabla 4. 12 Presupuestos parciales de la mano de obra .....	66
Tabla 4. 13 Presupuestos parciales de la energía eléctrica.....	66
Tabla 4. 14 Presupuestos parciales de las herramientas del laboratorio .....	66
Tabla 4. 15 Presupuestos parciales de reactivos y productos.....	66
Tabla 4. 16 Presupuestos parciales de los servicios técnicos.....	67
Tabla 4. 17 Presupuesto total del proyecto .....	67

ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE  
TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

# CAPITULO 1: INTRODUCCIÓN

ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE  
TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

## 1.1. OBJETIVOS

El objetivo de este Trabajo Fin de Grado es la obtención de implantes dentales cerámicos mejorados obtenidos por la técnica de sinterización no-convencional de microondas. La cerámica de estudio es circona,  $ZrO_2$ , un material muy empleado en el sector odontológico debido a sus excelentes propiedades de resistencia mecánica, tenacidad y su buena aceptación por el cuerpo humano. Para llevar a cabo el objetivo se empleará un equipo de microondas diseñado y desarrollado para el procesamiento de materiales cerámicos. Se realizará una caracterización microestructural y mecánica de los sinterizados. Se compararán las propiedades obtenidas con las que presentan estos materiales procesados por métodos convencionales.

Para llevar a cabo este objetivo, se proponen los siguientes subobjetivos:

1. Obtención de implantes dentales mediante sinterización por microondas.
2. Obtención de implantes dentales mediante sinterización convencional.
3. Caracterización mecánica de los materiales sinterizados.
4. Caracterización microestructural de los materiales sinterizados.
5. Comparación de los resultados obtenidos por ambos métodos.

## 1.2 PLANIFICACION

En el siguiente apartado se ha desarrollado un esquema (figura 1.1) que resume los procesos, de forma ilustrativa, llevados a cabo en la elaboración del proyecto

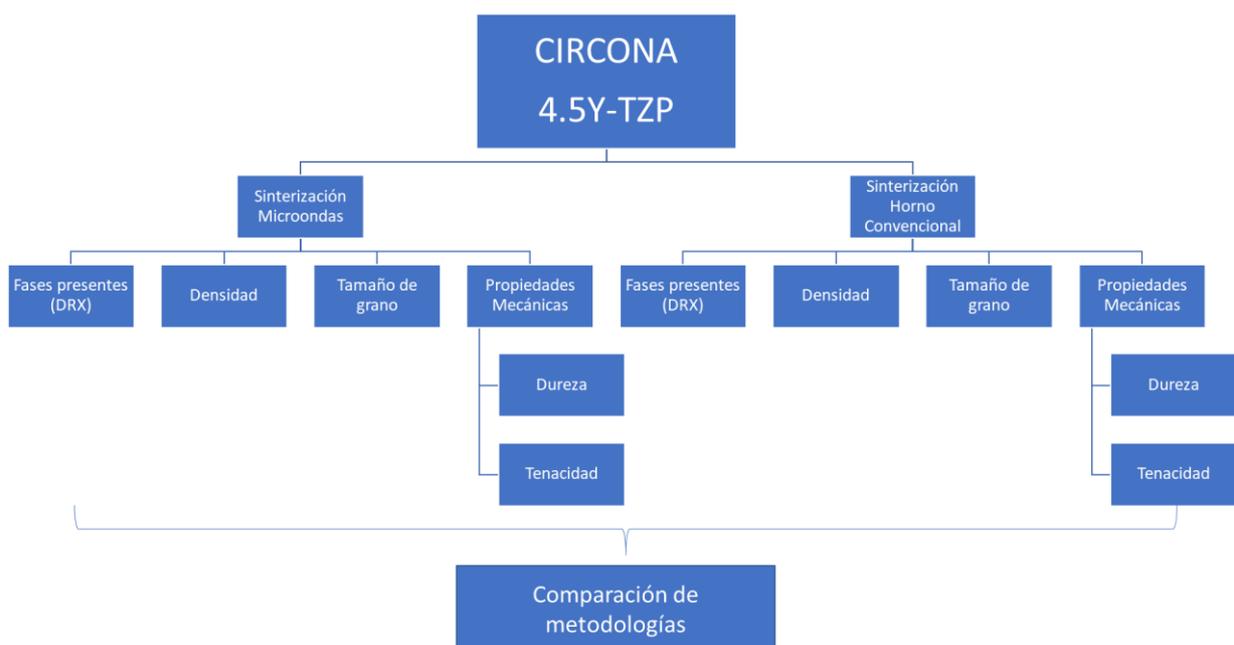


Ilustración 1 Planificación del proyecto

## 1.3 ANTECEDENTES

### 1.3.1 BIOMATERIALES CERÁMICOS Y SUS APLICACIONES ODONTOLÓGICAS

La odontología o estomatología (del griego) es una rama de la medicina que se encarga del diagnóstico, tratamiento y prevención de las enfermedades del aparato estomatognático, el cual incluye: los dientes, encías, lengua, paladar, glándulas salivales (Casamayor, Hernandez, M., & Giraudi, 2012) etc

Los dientes son órganos vitales en desarrollo de una vida normal. Tienen la función de triturar los alimentos para favorecer una correcta digestión, aunque esta no es su única función. Las piezas dentales también sirven para que los seres humanos se relacionen, puesto que son cruciales en la fonación. Además, aparte de su gran importancia estética, una buena dentadura es símbolo de salud y bienestar.

Una prótesis dental es un elemento artificial destinado para sustituir las piezas originales de un individuo, restaurando de este modo, la anatomía de uno, o varios dientes. Así como de reparar la relación entre los maxilares, devolviéndoles la verticalidad reponiendo tanto la dentición natural, como las estructuras periodontales (Figura 1.2).

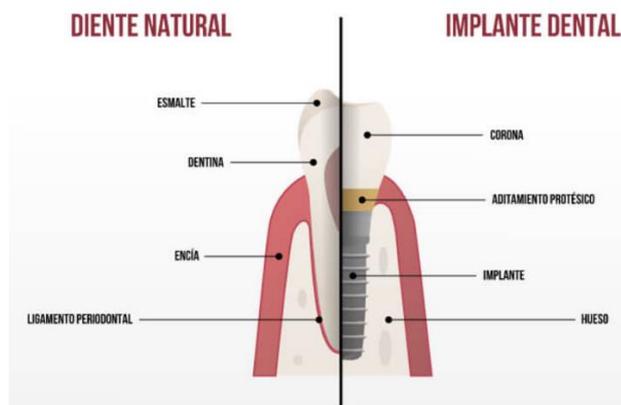


Figura 1. 1 Diferencias entre un diente natural y un implante (Dental, s.f.).

Las enfermedades dentales han aquejado a la humanidad desde sus inicios. Es por esto, que, a lo largo de la historia, las personas se han preocupado en reponer los dientes perdidos, aunque no siempre con una intención funcional. Los primeros datos que se tienen se remontan hasta hace más de 2000 años, a la época de los fenicios, que usaban estructuras dentales de oro, o los mayas, cuya función era la de ornamentar a las personas fallecidas. También se han encontrado restos arqueológicos de implantología dental en civilizaciones egipcia, griega y romana. Sin embargo, antiguamente no se tenían en cuenta ni las características mecánicas, ni la toxicidad de algunos materiales para el cuerpo humano. Grandes aspectos a tener en cuenta que podían provocar problemas más graves incluso, que los que se pretendía solucionar. Después de muchos años de investigación, se ha llegado a la conclusión de que solo algunos materiales son capaces de ser integrados en el cuerpo humano, y de que este, los acepte sin provocar ninguna reacción alérgica que repercuta algún tipo de malestar o que incluso pueda llegar a poner en riesgo la vida del paciente.

Un biomaterial es cualquier sustancia o combinación de sustancias de sustancias de origen natural o artificial, que puede ser usada durante cierto tiempo como un todo o como parte de un sistema para tratar, aumentar o reemplazar algún tejido, órgano o función del cuerpo humano (Duffó, 2011). Una de las características más importantes de estos materiales es la biocompatibilidad, la capacidad de permanecer en un ambiente biológico sin deteriorarse y sin producir daños a los tejidos circundantes

## ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

(Borrell & Salvador, 2018). A parte de ser compatibles con las personas, los biomateriales deben tener buenas propiedades mecánicas, tales como alta dureza y tenacidad a fractura. Deben tener una alta tolerancia a los cambios bruscos de temperatura y resistir de manera satisfactoria en ambientes húmedos donde existe alto riesgo de corrosión. Por otro lado, estos materiales se seleccionan para que tengan buenas características estéticas, principalmente color y textura, además de alta resistencia al desgaste y durabilidad para asegurar que el paciente no tenga que volver a pasar por el quirófano. La Tabla 1.1 se resume algunas de las aplicaciones que tienen los biomateriales hoy en día.

*Tabla 1. 1 Aplicaciones de biomateriales*

Aplicación	Biomaterial
Válvulas cardíacas artificiales	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Carbono</li> <li>• Metal</li> <li>• Polímeros</li> <li>• Válvulas naturales (normalmente de cerdo)</li> </ul>
Prótesis de cadera	Composición de varios materiales: <ul style="list-style-type: none"> <li>• Titanio</li> <li>• Acero inoxidable</li> <li>• Cerámicos</li> <li>• Composites</li> <li>• Polietileno de alto peso molecular</li> </ul>
Implantes dentales	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Titanio</li> <li>• Cerámicas avanzadas</li> <li>• Alúmina</li> </ul>
Tendones artificiales y ligamentos	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Teflón</li> <li>• Dacron</li> </ul>
Piel	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Compuesto de silicona-colágeno</li> </ul>
Lentes intraoculares	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Polimetilmetacrilato</li> <li>• Goma de silicona</li> <li>• Hidrogel</li> </ul>
Corazón artificial	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Poliuretano</li> </ul>

En el marco de este trabajo, se han tratado las aplicaciones odontológicas de los biomateriales, concretamente las prótesis para implantes dentales. Las prótesis dentales están diseñadas para reemplazar, completa o parcialmente, un elemento dañado de la dentadura de una persona para permitir que pueda seguir realizando sus funciones dentro del aparato digestivo. Una prótesis dental consta de: una corona, un pilar dental y el implante, que actúa como la raíz del diente para incrustarse en el hueso (Figura1.1). Los materiales usados actualmente en la odontología son (NEVAREZ, y otros, 2012):

- **Metales.** Principalmente aleaciones de cromo y titanio para proporcionar alta resistencia a la corrosión y al ambiente bucal debido a su nula toxicidad.
- **Polímeros.** Resinas compuestas también llamadas composites.
- **Cerámicos.** Más específicamente, las cerámicas avanzadas, llamadas *biocerámicas* (Borrell & Salvador, 2018). Concretamente suelen usarse:
  - Vitrocerámicos. Son cerámicos que constan de una matriz de sílice ( $\text{SiO}_2$ ), sinterizan a temperatura baja o media, desde los 800 °C hasta los 1000 °C.
  - Cerámicos de óxidos de alta resistencia. Son compuestos cerámicos basados en una matriz de alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) o zircona ( $\text{ZrO}_2$ ), las cuales sinterizan a altas temperaturas, desde los 1000, hasta los 1600 °C.

## ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

- Cerámicos combinados con otros compuestos. Estos compuestos no requieren de sinterización y suelen combinarse con polímeros. Entre ellos se encuentran: cerómeros, ionómeros de vidrio o cerámicos de hidroxiapatita.

- **Materiales híbridos que surgen como combinación de los anteriores**

Las biocerámicas avanzadas con aplicaciones odontológicas, representan un interesante campo de investigación para el desarrollo en la fabricación y/o fijación de implantes. Introducidos en la década de los 70, surgen de la necesidad de buscar una solución a los fracasos producidos por los materiales usados hasta la fecha, tales como el acero, aleaciones de cobalto o el polimetilmetacrilato (Borrell & Salvador, 2018). Principalmente, el uso de estos materiales se debe a sus elevadas propiedades mecánicas y su durabilidad, junto con el alto grado de compatibilidad que tienen con el cuerpo humano debido su casi nula reactividad química. Otra razón de peso es el amplio abanico de opciones, tanto estéticas, como morfológicas que pueden desarrollarse en la elaboración del implante. En la Tabla 1.2 se resumen algunas de las propiedades mecánicas de las biocerámicas más importantes usadas actualmente (Piconi & Maccauro, 1999) (Ferrer C. , Amigó, Salvador, Cárcel, & Segovia, 2000):

*Tabla 1. 2 Propiedades mecánicas de biocerámicas*

Material	Densidad [g/cm <sup>3</sup> ]	Módulo de rotura [MPa]	Módulo de elasticidad [GPa]	Tenacidad a fractura [MPa.m <sup>1/2</sup> ]	Dureza Vickers [HV]
Alúmina (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	≥3.97	>500	380	4	2200
Mg-PSZ* (Circona)	5.74-6	450-700	200	7-15	1200
Y-TZP** (Circona)	>6	900-1200	210	7-10	1200
Hidroxiapatita (HAP)	3.14	50-60	70-120	0.9	500

*\*Circona estabilizada con MgO al 10 % molar.*

*\*\* 1Circona en fase tetragonal estabilizada con Itria (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) al 3 % molar.*

En este proyecto se ha trabajado en la sinterización de circona estabilizada con Itria, ZrO<sub>2</sub>-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, para la elaboración de la prótesis dental, partiendo de muestras en verde, que han sido previamente compactadas y procesadas con la forma final del implante dental.

### 1.3.2 LA CIRCONA COMO BIOMATERIAL. PROPIEDADES

La circona, ZrO<sub>2</sub>, es un importante material tecnológico que surge como alternativa para resolver el problema de la fragilidad de la alúmina (Tabares, 2012). Es un material que, si se procesa adecuadamente, tiene la mayor tenacidad de todos los materiales cerámicos monolíticos, junto con otras propiedades, entre las que destacan: la dureza, estabilidad química, resistencia al desgaste o su excelente resistencia mecánica y módulo de Young. Gracias a estas propiedades, se ha consolidado como material tecnológico en distintos campos, entre los que destaca el sector odontológico.

Los primeros usos que se le dio a la circona como material para aplicaciones biomédicas fue en combinación con óxido de magnesio, ZrO<sub>2</sub>-MgO, óxido de calcio, ZrO<sub>2</sub>-CaO, o con Itria, ZrO<sub>2</sub>-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Posteriormente los esfuerzos de los investigadores se han enfocado sobre todo a las cerámicas de circona estabilizadas con Itria, concretamente un 3 % molar. La razón por la cual es preferible desarrollar esta solución es porque las cerámicas sinterizadas poseen una microestructura de grano fino llamada circona tetragonal policristalina, de este modo, el nombre completo resulta ser 3Y-TZP.

### 1.3.2.1 ESTRUCTURA Y FASES DE LA CIRCONA

La circona pura tiene un punto de fusión de 2700 °C, sin embargo, presenta tres formas cristalográficas: monoclinica (M), cúbica (C) y tetragonal (T) (Tabares, 2012). Este polimorfismo depende de la temperatura a la que se encuentre el material. De este modo ha sido demostrado que (Callister, 2019):

- La fase cúbica es estable entre los 2370 y los 2680 °C y su estructura es de tipo fluorita, centrada en caras (fcc).
- La fase tetragonal es estable para temperaturas entre 1200 y 2370 °C, presenta una estructura de tipo fluorita distorsionada, es decir cúbica centrada en el cuerpo (bcc).
- La fase monoclinica es estable a temperaturas por debajo de los 1200 °C, posee también una estructura de fluorita distorsionada y suele presentar maclas como resultado de los cambios de forma de la fase tetragonal.

En la Figura 1.3 se representa la apariencia de cada estructura cristalográfica posible de la circona:

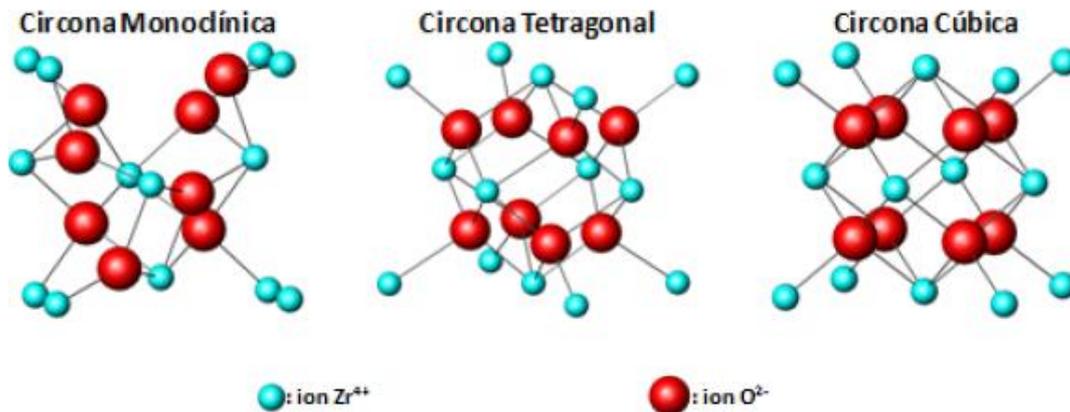


Figura 1. 2 Estructura cristalográfica de la circona (Borrell & Salvador, 2018)

El uso de este tipo de cerámicas está determinado por la capacidad de retener la fase tetragonal, que no es estable a temperatura ambiente, y en la capacidad de transformarla bajo tensión en los puntos cercanos a la punta de una grieta. Este mecanismo es conocido como aumento de tenacidad por transformación de fase (Ferrer C. , Amigó, Salvador, Cárcell, & Segovia, 2000).

El cambio de tetragonal a monoclinica (t → m), se caracteriza por ser una transformación martensítica y sin difusión, la cual lleva asociada un incremento de volumen de un 4 % aproximadamente. Las dificultades derivadas de este cambio de volumen junto con la velocidad de la transformación permiten la aparición de tensiones residuales internas, que inducen al microagrietamiento de las piezas. Esta pérdida de resistencia mecánica hará que el material sea inservible para aplicaciones estructurales.

Puesto que la fase termodinámicamente estable a temperatura ambiente para el caso de la circona es la monoclinica, y esta es la que peores propiedades mecánicas tiene, ha de estabilizarse en una de las otras fases, cúbica o tetragonal. Esta estabilidad de la fase tetragonal se puede conseguir mediante la formación de una solución sólida que impida la transformación a la fase monoclinica durante el enfriamiento posterior a la sinterización, es decir mediante la adición de dopantes tales como ceria (CaO), magnesia (MgO) e itria (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) (Borrell & Salvador, 2018). La razón por la que se añaden estos

óxidos es porque crean espacios vacíos dentro de la estructura cristalina del material para mantener el equilibrio entre cargas positivas y cargas negativas

### 1.3.2.2 MATERIALES CERÁMICOS CON BASE CIRCONA

Los materiales cerámicos de la familia de la circona, TZC de sus siglas en inglés (ZrO<sub>2</sub> Toughened Ceramics) se clasifican en tres categorías según su composición (Tabares, 2012):

- **Circona TZP (Tetragonal Zirconia Polycrystals).** Estos materiales son de gran interés debido a que presentan fase tetragonal a temperatura ambiente casi al 100 %, con un tamaño de grano del orden de 0.2-1  $\mu\text{m}$ . Los primeros investigadores que obtuvieron este resultado fueron, por un lado, el grupo liderado por Rieth (Rieth, Reed, & Naumann, 1976) y por otro, el grupo liderado por Gupta (Gupta, Bechtold, Kuznicki, Cadoff, & Rossing, 1977). Ordinariamente, suele emplearse Itria o Ceria para estabilizar la circona, es por esto por lo que se designan con los prefijos "Y" y "Ce" respectivamente, precedidos de un número que indica la concentración del óxido en porcentaje molar (Figura 1.4).

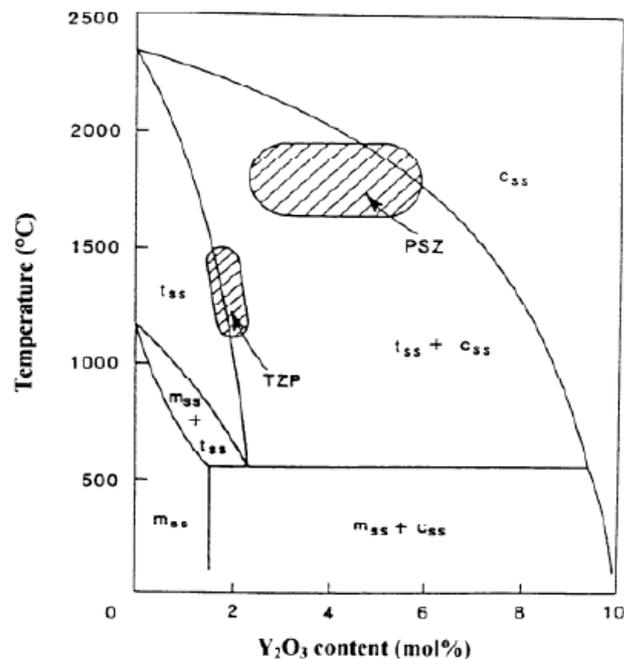


Figura 1. 3 Diagrama de fases del Y-TZP (Piconi & Maccauro, 1999).

- **Circona PSZ (Partially Stabilized Zirconia).** Estas cerámicas se caracterizan por estar formadas por granos relativamente grandes de fase cúbica con precipitados de fase tetragonal en su interior. Para obtener la PSZ se debe agregar altas concentraciones de óxidos estabilizantes como Magnesia (Mg) o Calcia (Ca) y emplear temperaturas de sinterización elevadas, rondando los 1600 °C. Entre sus propiedades características, este material cuenta con una microestructura cúbica, con granos grandes y una alta tenacidad a fractura (8-10 MPa.m<sup>1/2</sup>), sin embargo, resulta ser una cerámica menos resistente que la Y-TZP (Ruiz & Readey, 1996) y (Ruiz & Readey, 1996).
- **Circona DZC (Dispersed Zirconia Ceramics).** Es un material compuesto por una dispersión de circona en fase tetragonal (5-30 % del peso) en una matriz cerámica. La tenacidad a fractura de esta circona dependerá mucho del grado de transformación en fase tetragonal. El ejemplo

## ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

más conocido por su desarrollo comercial es el ZTA ( Zirconia Toughened Alumina) (Tabares, 2012).

En el desarrollo de este proyecto se ha utilizado Y-TZP para sinterizar los implantes dentales cerámicos. Concretamente, la circona empleada contiene el 4.5 % molar. Las propiedades expuestas en la Tabla 1.3, son para u 3 % molar, que ha sido lo más parecido que se ha encontrado al material utilizado en el proyecto. Debido a esto, las propiedades pueden variar, pero en un pequeño porcentaje no significativo.

Tabla 1. 3 Propiedades de la circona Y-TZP

Propiedades	Y-TZP
% mol Y2O3	3
Densidad (g/cm <sup>3</sup> )	6.05
Tamaño medio de grano (μm)	0.2-0.4
Dureza (Vickers)	1200
Resistencia mecánica a flexión (MPa)	1000
Resistencia mecánica a compresión (MPa)	2000
Módulo elástico (GPa)	180
Tenacidad, KIC (MPa·m <sup>1/2</sup> )	6-7

Cabe destacar que una de las propiedades más importantes de la circona Y-TZP es el mecanismo por el cual aumenta la tenacidad mediante la transformación de fase (Figura 1.5). Este proceso se da en la punta de una grieta debido a las tensiones de tracción que activan la transformación de fase tetragonal a monoclinica en los alrededores de la fisura, generando tensiones de compresión que, junto a la constricción del material (el aumento de volumen del 4% debido a la transformación martensítica) se oponen a la propagación de la grieta y aumentando la tenacidad intrínseca del material.

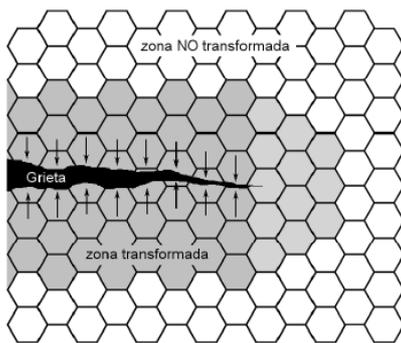


Figura 1. 4 Aumento de tenacidad por transformación de fase (Tabares, 2012) .

### 1.3.3 CONCEPTOS TEÓRICOS DE LA SINTERIZACIÓN DE POLVOS CERÁMICOS

La sinterización es un proceso por el cual, a partir de polvo prensado (muestra en verde) se transforma en una cerámica densa y resistente (Borrell & Salvador, 2018). Este fenómeno se da cuando el material se calienta a la temperatura suficiente para que se inicien los mecanismos de transporte de materia, pero inferior a la temperatura de fusión del material.

La sinterización de un material puede efectuarse en presencia, o no, de fase líquida. Para el primer caso, se conoce como *sinterización en estado líquido*. En el supuesto de que no haya fase líquida en el proceso, se le denomina entonces *sinterización en estado sólido*. Este trabajo se ha llevado a cabo con el método de sinterización en estado sólido. Los mecanismos de transporte que conducen a la sinterización en estado sólido pueden clasificarse del siguiente modo (Figura 1.6):

1. Difusión superficial. Evaporación – condensación.
2. Difusión en borde de grano.
3. Difusión volumétrica.
4. Difusión por flujo o creep. Se produce un flujo viscoso de partículas desde zonas de alto potencial químico a zonas de bajo potencial.

La difusión superficial y la evaporación-condensación producen el crecimiento de cuellos entre las partículas, el resto de los mecanismos generan una contracción del material que repercute en la densificación (Borrell & Salvador, 2018).

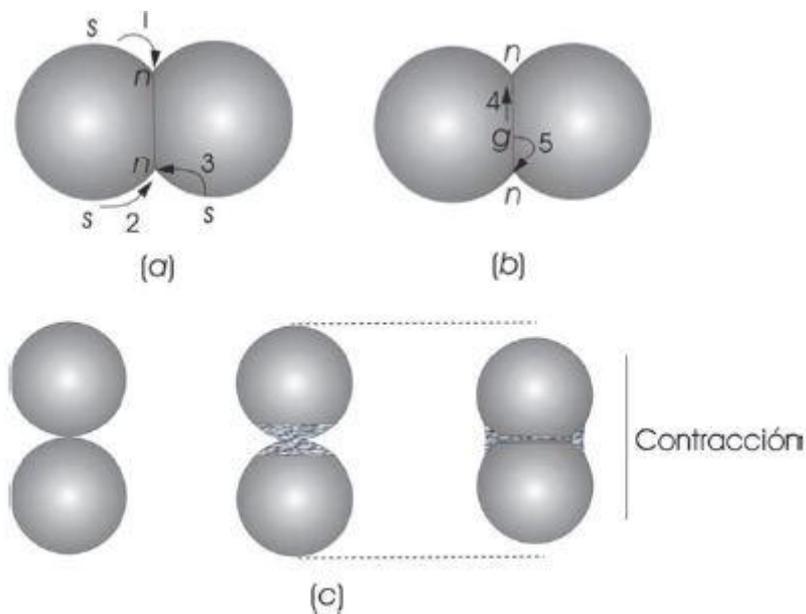


Figura 1. 5 Mecanismos de transporte de materia durante la sinterización: a) crecimiento de grano y cambio de forma del poro, b) densificación y c) secuencia que ilustra el movimiento del material y que conduce a la contracción y a la densificación (Borrell & Salvador, 2018)

Cabe destacar que la fuerza motriz de todo el proceso de sinterización es la reducción de la energía total del sistema (Moreno Botella, 2000).

En 1961, Coble propuso la división del proceso de sinterización en estado sólido en tres etapas (Valdizán, 2017):

- I. Inicial: La materia es transportada de zonas de alto potencial químico a zonas de bajo potencial químico, es decir, que la fuerza motriz de esta etapa es el gradiente de potencial químico (Borrell & Salvador, 2018). En esta fase ocurren tanto mecanismos de crecimiento de grano como de densificación dando lugar a cuellos entre las partículas (Figura 1.7).

ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE  
TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

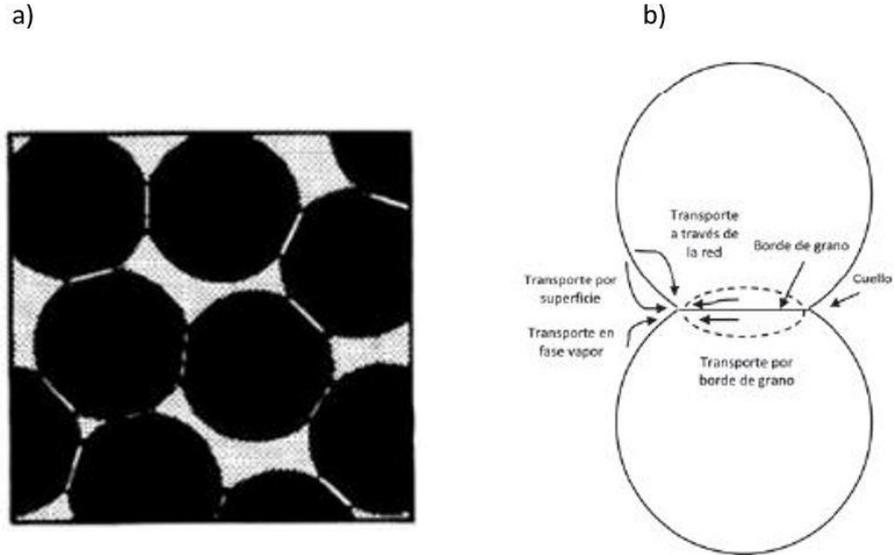


Figura 1. 6 a) Fase inicial de la sinterización y b) Fase inicial de la sinterización empleando el modelo de las dos esferas (Borrell & Salvador, 2018) y (Valdizán, 2017).

- II. Intermedia: Los granos crecen y se establecen canales entre los poros. En esta etapa es donde se produce la mayor densificación y el cambio microestructural. El final de la fase lo marca la aparición de poros aislados y la formación de una red continua por parte de los límites de grano (Figura 1.8 a).
- III. Final: En esta última etapa se pueden encontrar poros aislados en los límites de grano, en la unión de varios granos o atrapados dentro los mismos. Esta es a la fase más importante y decisiva de todo el proceso puesto que determinará las propiedades del material (Figura 1.8 b).

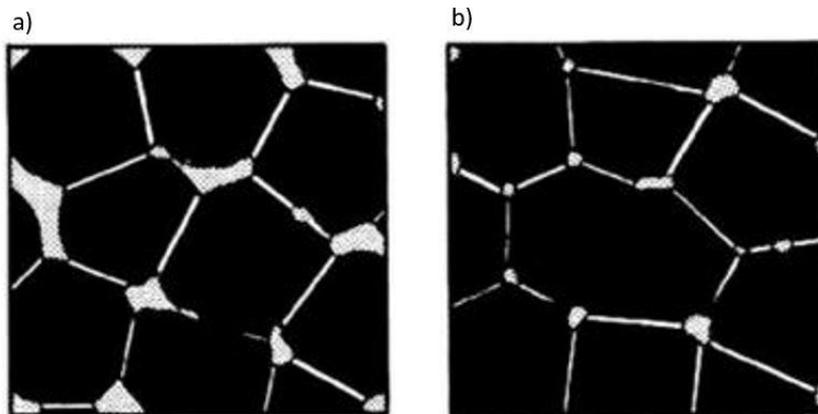


Figura 1. 7 a) Fase intermedia y b) Fase final de la sinterización (Valdizán, 2017).

### 1.3.4 SINTERIZACIÓN NO-CONVENCIONAL MEDIANTE MICROONDAS

La alternativa que se ha propuesto en este trabajo como alternativa al método convencional es la sinterización por microondas. En los siguientes apartados se demostrará su viabilidad como alternativa.

Entre los motivos por los que se ha seleccionado este método no-convencional de procesamiento de materiales, se encuentra una gran reducción del tiempo de sinterizado, en el cual las piezas únicamente deben permanecer 10 min a la máxima temperatura. Esto supone una gran ventaja que redundará en un menor consumo energético y por lo tanto reduce el impacto ambiental.

Otra ventaja que recae en el sinterizado por microondas es una consolidación rápida de polvos que permite alcanzar densidades muy próximas a los valores teóricos del material. Esta característica repercute directamente en un incremento de las propiedades mecánicas (Borrell & Salvador, 2018)

#### 1.3.4.1 CONCEPTOS TEÓRICOS DE LAS MICROONDAS

La sinterización por microondas supone un calentamiento del material completamente distinto al proceso convencional debido a que el mecanismo de difusión volumétrica de este método difiere de los que ocurren cuando en calentamiento se efectúa en un horno.

En el caso del procesamiento de materiales por medio de microondas, el calor se obtiene por la absorción de energía electromagnética. Por lo tanto, el calor se difunde desde el interior del material al resto de la pieza favoreciendo los mecanismos de difusión. De este modo, la temperatura de sinterización es menor y las propiedades físicas y mecánicas aumentan (Borrell & Salvador, 2018).

La radiación de microondas se encuentra en la zona menos energética del espectro electromagnético, con longitudes de onda comprendidas entre 1 m y un 1 mm, y unas frecuencias que oscilan desde los 300 MHz hasta los 300 GHz (Figura 1.9).

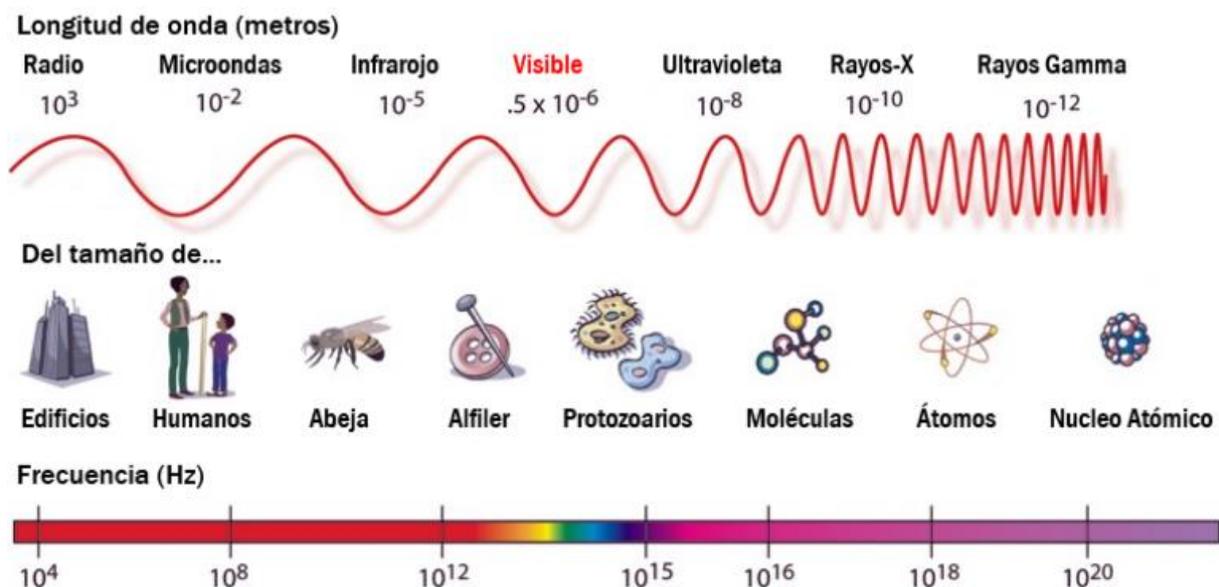


Figura 1. 8 Espectro electromagnético de la luz, (tomasmarte.com, s.f.)

#### 1.3.4.2 COMPORTAMIENTO DE LAS MICROONDAS

El comportamiento de cualquier material cuando es expuesto a microondas se resume en (OGHBAEI, 2010) (Figura 1.10):

- Transparentes: las microondas atraviesan el material por completo sin ninguna pérdida energética.
- Opacos: las microondas se reflejan en su totalidad, no pueden penetrar en el material. Son los denominados conductores
- Absorbentes/Translucidos: el material absorbe las microondas, la cantidad de absorción depende del valor del factor de pérdida dieléctrica que posea el material.

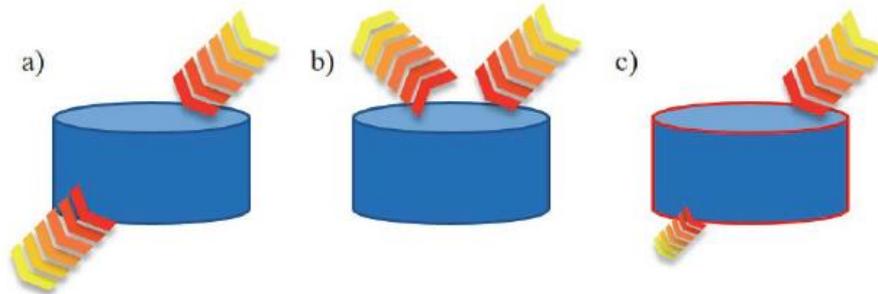


Figura 1. 9 Interacción de los materiales con las microondas: a) transparente, b) opaco, c) translucido (Borrell & Salvador, 2018)

Existe un cuarto tipo de interacción, la denominada interacción mixta. Se da en materiales con distintos grados de absorción que poseen diferentes factores de pérdida dieléctrica, debido a que el material es mixto o multifase. Un ejemplo de este fenómeno es el calentamiento híbrido por microondas.

#### 1.3.4.3 DESCRIPCIÓN DEL CALENTAMIENTO POR MICROONDAS

Existen diversos mecanismos físicos que explican cómo se produce la transferencia energética de las microondas a los materiales. Estos mecanismos son: la rotación bipolar, el calentamiento resistivo, el calentamiento electromagnético y el calentamiento dieléctrico. Dependiendo del material, su respuesta a la radiación se debe a un mecanismo o a una combinación de ellos.

La rotación bipolar se da en moléculas polares eléctricamente neutras con cargas eléctricas positivas y negativas separadas. En un campo de microondas, los dipolos rotan en la dirección del incremento de la amplitud. Como resultado de este suceso, se produce una fricción molecular que genera el calentamiento instantáneo y uniforme de todo el material.

El calentamiento resistivo se pone de manifiesto en conductores (o semiconductores) con resistividades eléctricas relativamente altas. Estos materiales poseen electrones libres o iones con suficiente libertad para que puedan generar corriente.

El calentamiento electromagnético se produce en materiales que poseen altas propiedades de susceptibilidad magnética y que son expuestos a la radiación microondas. Los polos magnéticos del material rotan de la misma forma que las moléculas polares en campos eléctricos oscilantes.

Por último, el calentamiento dieléctrico es una mezcla de rotación bipolar y calentamiento resistivo. Este procedimiento es el que predomina en la sinterización de cerámicas.

#### 1.3.4.4 CONCEPTOS TEÓRICOS

La interacción dieléctrica de los materiales con las microondas puede describirse por medio de 2 parámetros importantes (ACIERNO, 2004) (OGHBAEI, 2010):

- La potencia absorbida (P).
- La profundidad de penetración de las microondas (D).

Ambos determinan la uniformidad en el calentamiento del material.

La potencia absorbida (P), es la absorción volumétrica de energía de microondas ( $W/m^3$ ) en el material. Se define según la ecuación 3.1:

$$P = \sigma |E|^2 = 2 \pi f \epsilon_0 \epsilon'' |E|^2 = 2 \pi f \epsilon_0 \epsilon' \tan \delta |E|^2 \quad (1.1)$$

Donde la tangente de pérdidas ( $\tan \delta$ ), indica la capacidad que tienen los materiales para polarizarse y calentarse, es decir, convertir la energía en calor:

$$\tan \delta = \frac{\epsilon''}{\epsilon'} \quad (1.2)$$

El factor de pérdidas ( $\epsilon''$ ) mide la capacidad del material para convertir energía de microondas en calor.

la constante dieléctrica ( $\epsilon'$ ) mide la capacidad del material de ser polarizado. En el sinterizado de materiales por microondas interesan valores máximos de  $\epsilon''$  combinados con valores moderados de  $\epsilon'$ . Lo ideal es encontrar la frecuencia adecuada que maximice estos dos valores para cada material.

La explicación generalizada se fundamenta en que un cuerpo en estado neutro tiene sus moléculas polarizadas en posiciones aleatorias. Estas moléculas pueden ser fácilmente orientadas bajo la acción de un campo eléctrico externo. De esta manera, si se invierte la polaridad del campo eléctrico, las moléculas tienden a modificar su posición para orientarse conforme al campo eléctrico actuante (Figura 1.11) (Borrell & Salvador, 2018).

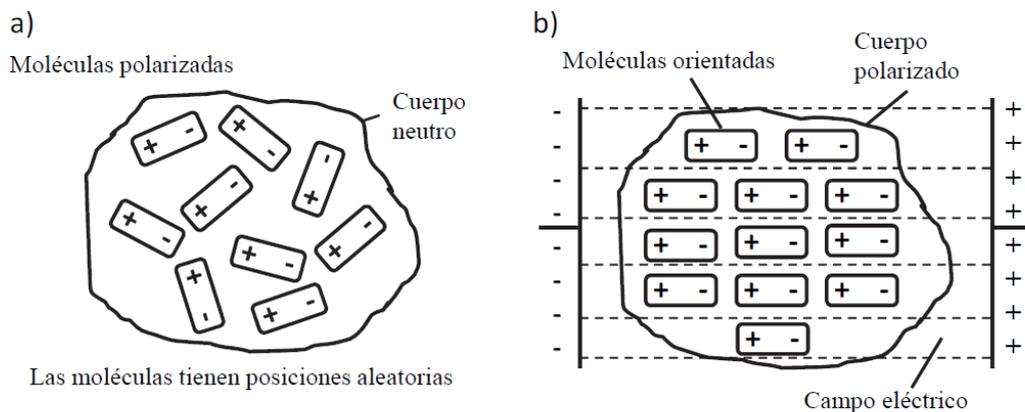


Figura 1. 10 Orientación de las moléculas de un material a) en estado natural y b) bajo la acción de un campo eléctrico externo (Borrell & Salvador, 2018).

En consecuencia, si se obliga a que el campo cambie continuamente de polaridad, se provoca que las moléculas varíen su posición rápidamente, intentando adecuarse a las modificaciones del campo y generando, por consiguiente, calor (Figura 1.12). El material se calienta en función de la energía absorbida en el proceso, debido a la propia vibración de las moléculas.

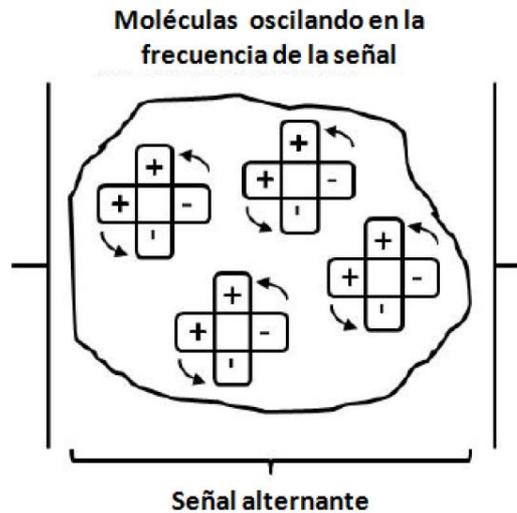


Figura 1. 11 Moléculas variando su orientación debido a un cambio constante del campo eléctrico (Borrell & Salvador, 2018).

La diferencia principal con calentamiento convencional reside en que, en el horno, son las partes externas del material las que incrementan su temperatura inicialmente. Sin embargo, en el calentamiento por microondas, se puede conseguir, bajo la acción de un campo fuerte, que las moléculas del material vibren con la misma intensidad y al unísono, generando calor en toda la muestra.

El otro parámetro importante en la interacción microondas-materia es la profundidad de penetración (D). Este parámetro especifica la penetración a la cual, la potencia es reducida a la mitad:

$$D = \frac{3 \pi_0}{8.686 \pi \tan \delta \left( \frac{\epsilon'}{\epsilon_0} \right)^{1/2}} = \frac{c}{2 \pi f \sqrt{2 \epsilon'} \left( \sqrt{1 + (\tan(\delta-1))^2} \right)^{1/2}} \quad (1.3)$$

Si la frecuencia es alta y las propiedades dieléctricas también, se produce un calentamiento superficial. Mientras que, con frecuencias y valores dieléctricos pequeños, se obtienen calentamientos volumétricos.

Considerando las propiedades de los materiales, se conoce que aquellos que poseen una alta conductividad y permeabilidad, manifiestan también una baja profundidad de penetración para una frecuencia dada. Los materiales con una profundidad de penetración en torno a un micrómetro, el calentamiento suele permanecer en la superficie. Sin embargo, si se utilizan polvos con un tamaño de partícula similar a la profundidad de penetración, es posible calentar directamente y de manera homogénea todo el material (Borrell & Salvador, 2018).

#### 1.3.4.5 CALENTAMIENTO HÍBRIDO

Uno de los principales problemas que presenta la sinterización de materiales mediante microondas es el calentamiento inicial, cuando las temperaturas son bajas. La mayor parte de la investigación sobre microondas trabaja en baja frecuencia (2.45 GHz), por lo que es difícil controlar el calentamiento inicial del proceso. Otro problema adicional que puede suceder y se debe tener en cuenta, es la aparición de

## ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

una inestabilidad térmica provocada por el cambio de alguna propiedad del material con el incremento de la temperatura (por ejemplo,  $\epsilon'$ ). Los cambios en las propiedades dieléctricas pueden generar un descontrol de la temperatura y traducirse en un calentamiento excesivo de la muestra. Los problemas descritos suceden en muchos materiales, tales como la alúmina o la circona, entre otros.

Los gradientes de temperatura que tienen lugar durante el calentamiento pueden causar propiedades desiguales y agrietamientos. Para prevenir estos gradientes, en algunos proyectos, se han utilizado aisladores o recubrimientos. El problema de este sistema es que los aisladores pueden provocar que la temperatura se des controle.

Como posible solución, se ha desarrollado un método híbrido que combina el calentamiento directo por microondas junto al calentamiento convencional por transmisión de calor. Este proceso es un ejemplo del fenómeno conocido como calentamiento por absorción mixta. La mayor ventaja de este método es que tiene pocas pérdidas dieléctricas, tanto a baja como a alta temperatura.

La descripción del proceso consiste en: las microondas son absorbidas por el material con mayores pérdidas dieléctricas mientras que pasa a través del otro componente con menores pérdidas, concediéndole una cierta cantidad de energía. En el calentamiento híbrido con susceptores, es este susceptor el componente que tiene grandes pérdidas dieléctricas a bajas temperaturas. Cuando se inicia el proceso de calentamiento, es el susceptor el que absorbe las microondas e incrementa su temperatura, transfiriendo el calor al otro material por medio de convección, conducción y radiación. Una vez se ha alcanzado una temperatura elevada, el componente con mayor pérdida dieléctrica es capaz de absorber las microondas por sí mismo. Para que esto suceda, es necesario cruzar un umbral de temperatura específico (Borrell & Salvador, 2018).

Este método combinado, denominado calentamiento híbrido por microondas, se puede utilizar para la sinterización de polvos compactados de manera rápida. El objetivo del procedimiento consiste en calentar la muestra en dos direcciones, del núcleo hacia la superficie mediante la radiación de las microondas y, desde la superficie al interior con la ayuda de un susceptor (Figura 1.13).

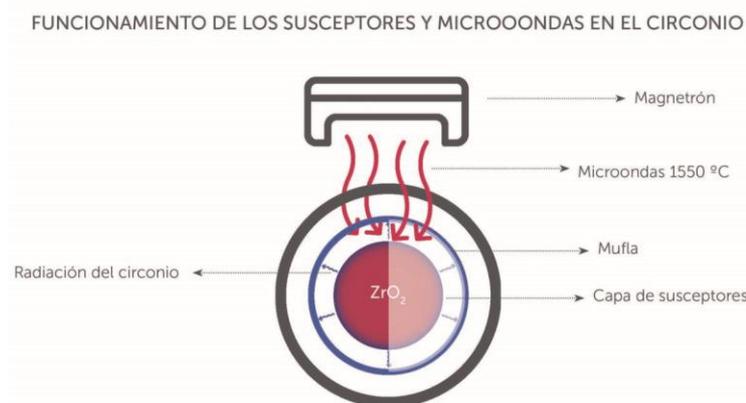


Figura 1. 12 Ejemplo de calentamiento híbrido (gacetadental.com, s.f.)

En este proyecto se estudiará el empleo de susceptores de carburo de silicio (SiC) para iniciar el calentamiento de la circona y su sinterización por microondas. La razón de esta selección ha sido que el carburo de silicio es un material con una buena absorción de la radiación de microondas a bajas temperaturas y no contamina las muestras de circona. El diseño de la forma y del

## ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

tamaño del suscepter se ha se ha realizado en el laboratorio utilizando discos de SiC en verde, es decir, con los polvos compactados, y usando herramientas de pulido se le ha dado la forma deseada.

ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE  
TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

## CAPITULO 2: METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE  
TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

## 2.1 EQUIPOS DE SINTERIZACIÓN

En el siguiente apartado se van a describir los equipos que se han utilizado en el desarrollo del proyecto para sinterizar los implantes dentales, ambos pertenecientes al ITM-UPV (Instituto de Tecnología de Materiales de la Universidad Politécnica de Valencia).

### 2.1.1 SINTERIZACIÓN EN HORNO CONVENCIONAL

El horno utilizado para llevar a cabo la sinterización convencional es de la marca “Carbolite Gero 30-3000 °C” (Figura 2.1). Se han empleado dos temperaturas, 1300 °C y 1400 °C, con una rampa de calentamiento y enfriamiento de 10 °C/min y estancias de una hora a la máxima temperatura.

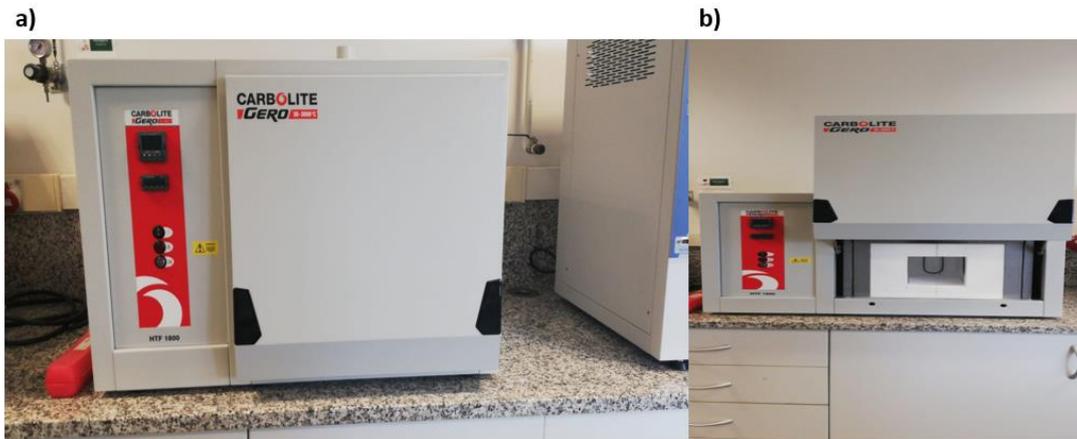


Figura 2. 1 Horno convencional marca Carbolite Gero 30-3000

### 2.1.2 SINTERIZACIÓN POR MICROONDAS

El equipo de microondas empleado ha sido enteramente diseñado y fabricado por el instituto ITACA-UPV (Instituto de Aplicaciones de las Tecnologías de Información y de las Comunicaciones Avanzadas), para que el ITM-UPV (Instituto de Tecnología de Materiales), de la Universidad politécnica de Valencia, pueda realizar proyectos de investigación (Figura 2.2).



Figura 2. 2 Microondas de cavidad circular

El horno microondas consta de una cavidad central de 3 cm de diámetro para garantizar que las pérdidas de energía sean las menores posibles. En ella, se introduce un tubo de ensayo de cuarzo, transparente a las microondas, el cual alberga el diente de circona, que se coloca sobre una plataforma de alúmina (también transparente a la radiación de microondas) para elevar su posición. El proceso de sinterización se ha llevado a cabo en condiciones estándar y a presión atmosférica, aunque la máquina permite trabajar a distintas presiones e incluso en vacío. Para realizar el control de las variables del proceso, tales como la temperatura, el tiempo, la potencia o la emisividad; se utiliza un pirómetro previamente calibrado y un ordenador.

Este procedimiento precisa de un sistema de refrigeración por agua para evitar que el horno se recaliente, lo cual repercute en un mejor funcionamiento.

## 2.2 MEDIDA DE LA EMISIVIDAD.

Para el correcto funcionamiento del horno microondas y poder mantener el control del proceso de sinterización de las cerámicas, es necesario calibrar el pirómetro para el material a elaborar. Para ello hay que medir la emisividad de la  $ZrO_2$ . Este proceso es esencial ya que la emisividad del material puede variar de la teórica.

Para realizar la medida se coloca un pirómetro en un horno convencional y se calienta hasta 1000 °C. Posteriormente, se busca que el pirómetro lea la misma temperatura haciendo variar exclusivamente el valor de la emisividad. El valor de la transmitancia no se debe variar y se mantiene en 1.

Este proceso ha de repetirse cada 100 °C hasta 1500 °C.

## 2.3 MATERIAL DE PARTIDA

El material de partida utilizado en la elaboración de este trabajo, como ya se ha mencionado en el apartado anterior, ha sido proporcionado por *Ivoclar Vivadent*, una empresa multinacional que ofrece una amplia gama de productos y sistemas para dentistas y técnicos dentales, con sede en España en Alcobendas (Madrid). En concreto se ha utilizado el material *Zenostar T*, con una apariencia “tizosa” debido a su estado parcialmente sinterizado (Gruppe, 2015). Otras empresas que comercializan este producto son 3M, cuyo producto es el LAVA Frame Framework Ceramic; y la empresa española Research S.L, cuyo producto es el Nanoker

Las características del material descritas por el fabricante se recogen en la Tabla 2.1, las características mecánicas aquí descritas estas según la norma ISO 6872:2015.

Tabla 2. 1 Características del material de partida

Carecterísticas	<i>Zenostar T</i>
% mol $Y_2O_3$ (Itria)	4.5
Resistencia a flexión [MPa]	1200 ± 200
Temperatura de Sinterización [°C]	1450-1500
Tiempo de sinterización mínimo	2 h 55 min

## 2.4 DIFRACCION DE RAYOS X

La Difracción de rayos x es una técnica que se fundamenta en los fenómenos que aparecen cuando un haz de rayos X inciden en una estructura. Los rayos X son un tipo de radiación electromagnética de elevada energía y pequeña longitud de onda ( $\lambda$ ) (Ferrer, Amigó, & Salvador, 1999). Cuando un material recibe radiación X, los átomos de su estructura emiten una radiación electromagnética de la misma longitud de onda y, si se producen ciertas condiciones, produce una difracción (Figura 2.3)

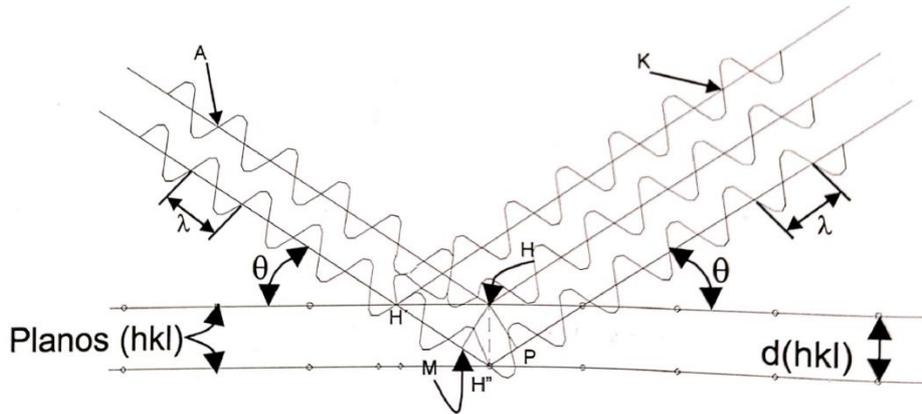


Figura 2. 3 Esquema de la difracción de rayos X sobre una muestra (Ferrer, Amigó, & Salvador, Fundamentos de ciencia de los materiales (Tomo I), 1999)

Donde:

$d_{hkl}$  = Distancia interplanar.

hkl = Índices de Miller

La difracción debida a la dispersión de Thomson producirá una fuerte reflexión en un ángulo  $\alpha$  si se cumplen las siguientes condiciones:

- $\alpha$  tal que  $\alpha = \theta$ .
- El ángulo de incidencia de la radiación sobre el material,  $\theta$ , debe satisfacer la ley de Bragg:

$$\sin \theta = \frac{n \lambda}{2 d_{hkl}} \quad (2.1)$$

Siendo n un numero entero = 1, 2, 3...

- Cada material dispone de unos planos definidos que producen difracción. Esto es debido a la posibilidad de que los átomos que se localizan entre los planos difractantes estén colocados de tal forma que puedan destruir el haz difractado.

En este proyecto se ha utilizado un difractómetro de polvo, con una geometría "Bragg-Brentano" (Figura 2.9). Con este tipo de máquina, los rayos X filtrados, divergen desde una línea e inciden sobre la muestra en polvo. Los rayos difractados son recogidos por un detector y convertidos en impulsos eléctricos que se registran en un gráfico característico. Concretamente el equipo empleado ha sido un difractómetro de rayos X BRUKER AXS D5005 (DRXP), perteneciente a la unidad de espectroscopía de Rayos X Servicio Central de Soporte a la investigación Experimental (SCSIE) de la Universidad de Valencia. La máquina está provista de un anticátodo de cobre, un monocromador de haz primario y

difractado, un detector de centelleo, rendijas automáticas y portamuestras giratorio. Este aparato opera con un ángulo de barrido de  $(2\theta)$  entre  $15$  y  $80^\circ$ , con un tamaño de paso de  $0.02^\circ$ .

## 2.5 DENSIDAD APARENTE DE LA MUESTRA

La medida de una magnitud como la densidad en materiales compactados a partir de polvos, da una información directa del grado de porosidad presente en la muestra. Conocer la porosidad de un material es importante puesto que las propiedades mecánicas de estos sinterizados mejoran al aumentar la densidad. Por lo tanto, el objetivo, por razones técnicas y económicas, es lograr la mayor densidad posible con el menor aporte de energía (RADEVA, 2008).

La densidad de los materiales sinterizados se ha obtenido siguiendo la norma ASTM C 373-88 que normaliza el procedimiento a seguir para el desarrollo del método de Arquímedes, el cual consiste en: medir el peso de la muestra en seco, después se hierva agua durante 5 h y se deja reposar la muestra 24 h más. Luego de este tiempo, se toma la medida del peso sumergido en la balanza. Por último, se determina la densidad aparente ( $\rho_{aparente}$ ) con la ecuación 2.2:

$$\rho_{aparente} = \frac{M_1}{M_1 - M_2} \times \rho_{líquido} \quad (2.2)$$

Donde  $\rho_{líquido}$  es la densidad del líquido de inmersión a la temperatura a la que se ha hecho el ensayo.

Para realizar las medidas de los pesos de las muestras se ha utilizado una balanza con una precisión de  $\pm 0.0001$  g mostrada en la Figura 2.4.



Figura 2. 4 Balanza de precisión

Una vez conocida la densidad de la muestra sinterizada, se expresa como un porcentaje en función de la densidad teórica del material, denominada  $\rho_{referencia}$  (ecuación 2.3). Este porcentaje marcará el grado de porosidad del material obtenido.

$$\rho\% = \frac{\rho_{aparente}}{\rho_{referencia}} \times 100 \quad (2.3)$$

## 2.6 PREPARACIÓN METALGRÁFICA

La superficie del diente debe estar perfectamente pulida, de manera que el acabado superficial de la pieza sea óptimo y se pueda realizar posteriormente la caracterización mecánica de manera satisfactoria.

La preparación metalográfica se define como la técnica que revela la organización espacial de fases y compuestos que conforman un material, metálico o no. Los pasos que se han de seguir son los siguientes (Ferrer, Amigó, & Salvador, 1999):

- a) Selección de la muestra
- b) Preparación de las probetas
- c) Observación de las probetas

### 2.6.1 SELECCIÓN DE MUESTRA

Lo primero que hay que se debe hacer es seleccionar el tamaño de la muestra. La probeta ha de ser cortada utilizando una cortadora de hilo de diamante, debido a su elevada dureza. La cortadora de hilo utiliza agua como fluido de corte y refrigerante. El proceso tarda en completarse unas 4 o 5 horas dependiendo de las dimensiones originales de la pieza. Se debe prestar especial atención a su colocación en la máquina, teniendo un especial cuidado al adherirla con resina en ella (Figura 2.5).

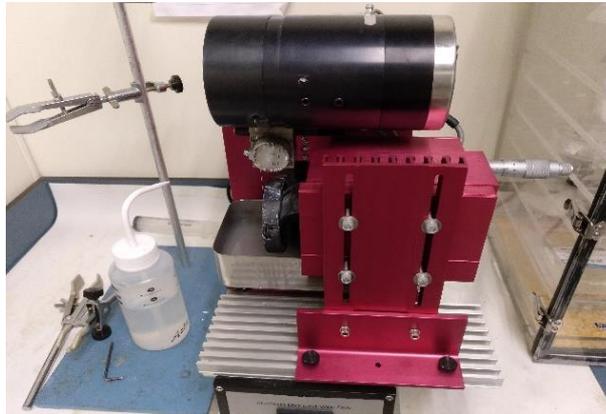


Figura 2. 5 Cortadora de hilo de diamante

### 2.6.2. PREPARACIÓN DE LA PROBETA

Es un conjunto de procesos que se ejecutan sobre la probeta con el fin de observar su estructura en el microscopio. Dentro de este conjunto de procesos están: embutido, desbaste y pulido.

#### 2.6.2.1 PROCESO DE EMBUTIDO

El proceso de embutido es necesario para poder realizar correctamente la caracterización mecánica posterior.

Para embutir las muestras obtenidas de la sinterización se usa una embutidora como la mostrada en Figura 2.6 y se programa para que ejerza una fuerza de 15N de presión durante 14 minutos.

La cerámica se coloca sobre el recipiente y se rellena con resina en polvo. El proceso consta de 7 minutos de calentamiento y de 7 de enfriamiento.

Se ha utilizado una embudidora de la marca “Struers LaboPress-3”



Figura 2. 6 Embudidora

#### 2.6.2.2 PROCESO DE DESBASTE Y PULIDO

Para llevar a cabo este procedimiento, primero hay que realizar el desbaste de la pieza, así, se deben pasar unos paños con forma de disco, cubiertos de material abrasivo que reduce las imperfecciones superficiales, comenzando por el paño de 75  $\mu\text{m}$ , se reduce la rugosidad superficial del diente hasta 10  $\mu\text{m}$ , pasando previamente por los paños de 20 y 40  $\mu\text{m}$ . El desbaste se ha de realizar utilizando agua como fluido de corte para lubricar la herramienta de corte y, de ese modo, evitar que se pierda la capacidad abrasiva del paño. Después de terminar con cada disco se ha de comprobar que la superficie de la pieza ha quedado satisfactoriamente bien desbastada, para ello se ha de revisar en el microscopio la superficie del diente.

Tras concluir con el desbaste, se realiza el proceso de pulido para conseguir una rugosidad superficial primero de 3  $\mu\text{m}$  y después de 1  $\mu\text{m}$ . Para ello se utiliza un paño especial, pero es el fluido de corte el que aparte de lubricar, contiene el abrasivo que pule la pieza, en este caso polvo de diamante.

#### 2.6.2.3 OBSERVACIÓN MICROSCÓPICA

En esta fase, se observa la estructura de la probeta en un microscopio óptico metalográfico, véase la Figura 2.7 Se ha optado por este tipo de microscopio y no por otro, por como la muestra es iluminada. Debido a que los implantes dentales son opacos, deben ser iluminados por luz reflejada. Un reflector de vidrio plano refleja hacia abajo un haz de luz horizontal que, a través del objetivo del microscopio, llega a la superficie de la muestra y por medio de un sistema de lentes, la luz reflejada se amplifica (Ferrer, Amigó, & Salvador, 1999).



Figura 2. 7 Microscopio óptico

Para el correcto uso del microscopio, cabe tener en cuenta los siguientes conceptos:

- a) **Aumentos.** Es la relación entre el tamaño de la imagen y del objetivo.

$$A_m = (D_1/D_2) M_1 M_2 \quad (2.4)$$

En donde:

$A_m$  = Aumento del microscopio

$D_1$  = Distancia entre el ocular y la pantalla de protección

$D_2$  = Distancia entre el ocular y el objetivo

$M_1$  = Aumento propio del ocular

$M_2$  = Aumento propio del objetivo

- b) **Poder de resolución.** Según el libro de *Fundamentos de Ciencia de los Materiales*, unidad 3 se define como " la capacidad de un objetivo para producir imágenes separadas y distintas de dos detalles del objeto muy próximos" (Ferrer, Amigó, & Salvador, 1999). Esta capacidad varía en función de la longitud de onda  $\lambda$ , del índice de refracción del medio,  $n$ , y del ángulo de semiapertura del objetivo,  $u$ .

$$D = \left( \lambda / (2 n u) \right) \quad (2.5)$$

- c) **Profundidad de campo.** Este concepto tiene que ver con la capacidad de reproducir imágenes bien enfocadas cuando la superficie del objeto no es plana. Depende de los aumentos propios del objetivo,  $M_2$  del índice de refracción y del ángulo de semiapertura del objetivo

## 2.7 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA

Los materiales cerámicos en general, y la cerámica en particular, son materiales que se caracterizan por sus elevados valores de dureza y tenacidad. En el caso de este trabajo se ha llevado a cabo un estudio sobre la microdureza y la dureza, cuando las huellas realizadas no hubiesen salido bien con el microdurómetro, de las probetas obtenidas Es necesario para poder realizar los ensayos de dureza de manera correcta, seguir la siguiente metodología (Ferrer, Amigó, & Salvador, 1999):

## ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

1. Aplicar el ensayo de microdureza sobre una superficie pulida y tratada en la que se observa la microestructura. Para este proyecto, se ha decidido estudiar la dureza Vickers del material
2. Seleccionar las huellas más representativas.
3. Determinar la medida de la dureza

De esta forma conseguiremos cuantificar la oposición que ejercen las muestras de circona a la penetración de otro cuerpo más duro o su capacidad de devolver la energía elástica.

### 2.7.1 ENSAYO DE DUREZA VICKERS

La huella sobre la probeta se realiza usando un penetrador de diamante con forma de pirámide de base cuadrada, el indentador, cuyo ángulo en el vértice es de  $136^\circ$ , como se puede ver en la Figura 2.8 Esta técnica se suele emplear en materiales templados o muy endurecidos, como es el caso de la circona. La selección de la carga se realiza en a lo estipulado en la norma UNE 7-054-73, y puede variar entre 1 y 5 kg (Ferrer, Amigó, & Salvador, 1999). Para este ensayo se ha realizado la indentación con una fuerza de 1 kg, además se ha efectuado cinco huellas para escoger de entre ellas las más representativas.

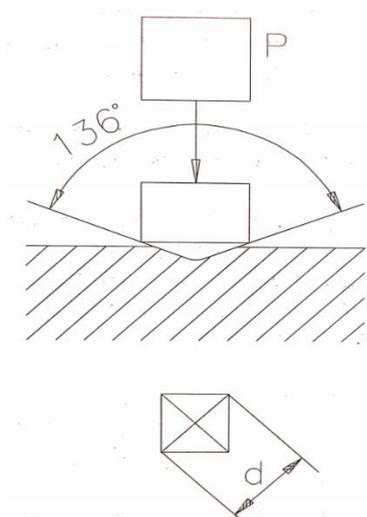


Figura 2. 8 Esquema del ensayo Vickers (Ferrer, Amigó, & Salvador, Fundamentos de ciencia de los materiales (Tomo I), 1999)

El ensayo suele requerir de unos 15 o 20 segundos de tiempo mínimo de permanencia (Ferrer, Amigó, & Salvador, Fundamentos de ciencia de los materiales (Tomo I), 1999). Por otro lado, este tipo de ensayo es microscópico y, por lo tanto, las huellas no son visibles a simple vista. La norma ASTM E 384 establece que la ecuación que determina la dureza Vickers es:

$$HV \left[ \frac{kg_f}{mm^2} \right] = 1.8544 \times \frac{P}{(d)^2} \quad (2.6)$$

Donde  $d$  (con raya arriba) es la media de las dos diagonales obtenidas en el ensayo.

El instrumento utilizado para realizar esta caracterización mecánica ha sido un microdurometro automatizado de la empresa Shimadzu, en concreto el modelo HMV-20 (Figura 2.9). Con este modelo, además de poder hacer la microindentación sobre la probeta, se puede observar el resultado, porque además cuenta con un microscopio óptico conectado a un ordenador para que también sea posible señalar el lugar exacto donde realizar la medición.

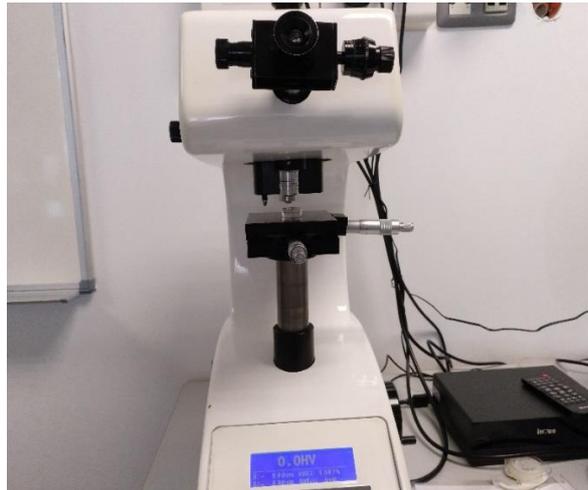


Figura 2. 9 Microdurómetro modelo HMV 20.

Es necesario realizar una conversión a GPa, puesto que suele ser la unidad más utilizada en este tipo de ensayos. En este trabajo se ha decidido trabajar en GPa para favorecer la comparación con los datos obtenidos de libros de referencia o tablas. Con objeto de realizar esta conversión, se ha utilizado la ecuación de Yovanovich (YOVANOVICH, 2006):

$$\text{Dureza [GPa]} = 0.009807 \times \text{Dureza [HV]} \quad (2.7)$$

### 2.7.2 TENACIDAD A FRACTURA

La tenacidad a la fractura,  $K_{IC}$ , es la resistencia de un material a la propagación de una grieta o defecto (ROCHA & DIAZ, 2008). Es una propiedad muy importante en aquellos materiales especialmente ideados para aplicaciones mecánicas. Depende, entre otros factores, de la temperatura, la velocidad de deformación y la microestructura. Según se deduce de la teoría de Griffith, la resistencia del material aumenta al reducir el tamaño de grano.

Los materiales cerámicos, debido a sus enlaces iónico-covalente, suelen tener una baja tenacidad a fractura. Sin embargo, uno de los mecanismos empleados para aumentar la tenacidad de las cerámicas es la combinación de la transformación de fases junto con la adición de un óxido refractario. En este trabajo, la circona ha sido combinada con itria ( $Y_2O_3$ ) y se ha buscado sinterizar la fase tetragonal para maximizar sus valores de tenacidad a fractura (Ferrer C. , Amigó, Salvador, Cárcell, & Segovia, 2000).

En este trabajo se ha decidido evaluar la tenacidad de la circona mediante el método indirecto de la indentación, IF (indentation fracture), un método experimental altamente utilizado en evaluaciones de materiales frágiles en ingeniería y basado en ensayos estándares de dureza. La medida de esta propiedad está regulada por las normas ASTM C 1327-9963, lo que hace más confiable el resultado obtenido. Este procedimiento no está recomendado para materiales con  $K_{IC}$  por debajo de  $1 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , materiales dúctiles, con tamaño de grano grande y microestructuras heterogéneas.

Para llevar el procedimiento de IF, es necesario un durómetro estándar, un microscopio óptico y una pieza pequeña del material a estudiar con una superficie libre de esfuerzos y de grietas. El método, derivado de las pruebas de dureza, consiste en relacionar la longitud de las grietas que crecen en las esquinas de la huella residual dejada por la indentación Vickers cuando se aplica una carga  $P$ , con la tenacidad del material (Figura 2.10).

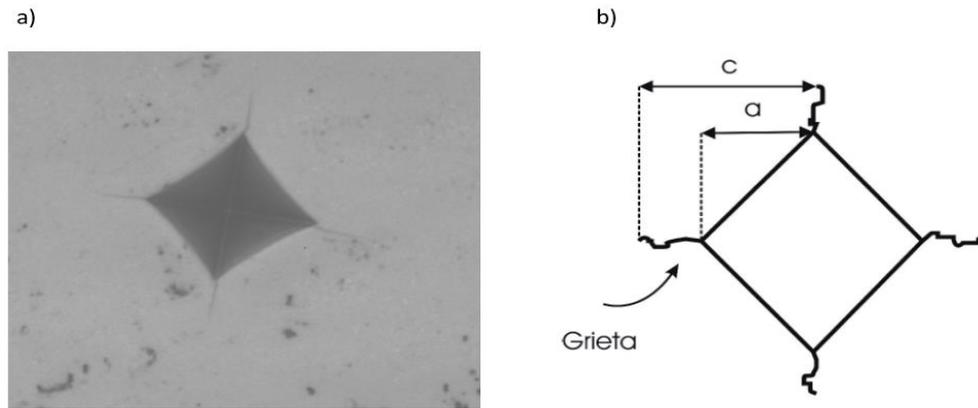


Figura 2. 10 Método IF para determinar la tenacidad a fractura de un material: a) imagen extraída por microscopía óptica de la huella creada por microindentación y b) imagen teórica del método empleado

Es necesario tener en cuenta, que hay que emplear una carga que sea capaz de producir grietas en el material, pero sin provocar la rotura de la pieza o daños significativos. Teniendo en cuenta la carga utilizada en trabajos previos con este tipo de material, se ha decidido usar una de carga de 15 kg. El equipo utilizado ha sido el mismo que para medir la dureza Vickers de material (Figura 2.9), y se han realizado cinco indentaciones por muestra para tener un estadístico que sea representativo.

Después de realizar la huella sobre la muestra, se ha utilizado el microscopio óptico, con los aumentos adecuados, junto con una cámara fotográfica instalada en el microscopio para obtener una imagen clara tanto de la grieta como de la indentación y poder medir, así de este modo, la longitud de las grietas. En el análisis de las imágenes se ha utilizado el programa IPWin4

Una vez se ha obtenido el valor de la longitud de la grieta, se ha obtenido el valor de  $K_{IC}$  mediante la ecuación de Evans, una de las ecuaciones empíricas más utilizadas en la determinación de la tenacidad del material (ROCHA & DIAZ, 2008).

Ecuación de Evans:

$$K_{IC} = 0.16 \times \left(\frac{c}{a}\right)^{-1.5} \times H \times a^{1/2} \quad (2.8)$$

Donde:

$K_{IC}$  = Tenacidad del material [MPa.m<sup>1/2</sup>]

H = Dureza Vickers del material [MPa]

c = Longitud media de las grietas de las huellas (Figura 2.10 b), [μm]

a = Longitud media de la mitad de la diagonal de las huellas (Figura 2.10 b) [μm]

En el estudio de las huellas generadas por la indentación, hay que tener en cuenta que la forma y las dimensiones de las grietas están directamente relacionadas con la tenacidad del material y con la carga aplicada. Para materiales con elevada tenacidad se genera un sistema de fisuras radiales de poca profundidad y no conectadas entre sí, llamadas grietas de Palmqvist. Sin embargo, en materiales frágiles, con baja tenacidad, las fisuras se conectan por debajo de la huella de indentación formando un perfil semielíptico (Figura 2.11).

# ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

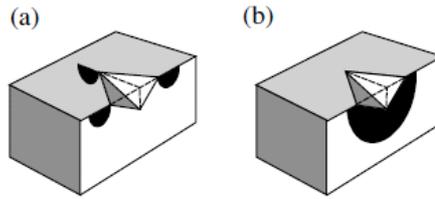


Figura 2. 11 Morfología de los tipos de grieta: a) grieta de Palmqvist y b) grieta semielíptica (Fischer-Cripps, 2007)

Desde la superficie resulta altamente complicado diferenciar entre los dos tipos de grieta. Es por ello, que está generalmente aceptado que cuando la relación  $c/a > 2$ , significa que disponemos de una grieta semielíptica. En cambio, si  $c/a < 2$ , entonces la grieta presenta una morfología de Palmqvist (CORIC, CURKOVIC, & RENJO, 2017).

## 2.8 MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO (MEB)

La microscopía electrónica de barrido (MEB), ha sido la técnica que se ha utilizado para observar la morfología de los implantes dentales obtenidos. El objetivo de la técnica es determinar el tamaño de grano conseguido por medio de las dos técnicas de sinterizado aplicadas en este proyecto y establecer una correlación con la densidad de cada una de las muestras.

Este procedimiento de microscopía examina las probetas barriendo la superficie con un haz de electrones. El microscopio tiene un sistema para crear y reflejar el haz de electrones, así como de un dispositivo para la reconstrucción de la imagen, punto por punto, el cual muestra sobre la pantalla de un oscilógrafo catódico la morfología del objeto barrido sincronamente por una sonda fina (Ferrer, Amigó, & Salvador, 1999). En la Figura 2.12 se muestran las diferencias entre un microscopio óptico y uno de barrido.

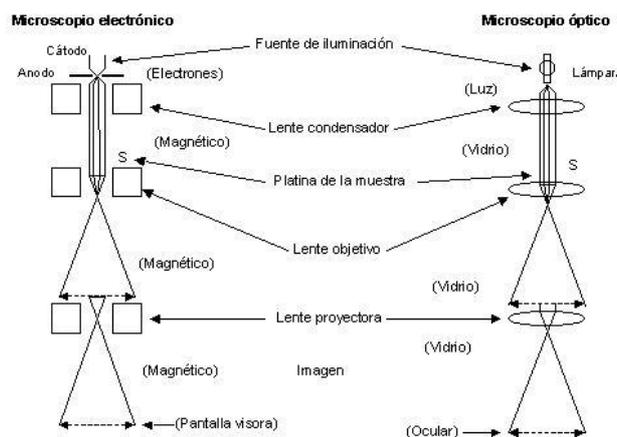


Figura 2. 12 Diferencias entre MEB y un microscopio óptico (Ferrer, Amigó, & Salvador, Fundamentos de ciencia de los materiales (Tomo I), 1999).

Una de las características más importantes de esta técnica de microscopía y que explica el porqué de su uso, es la capacidad de aumentar el poder de resolución, siendo posibles aumentos de 10 a 50 000 diámetros, con gran profundidad de campo (Callister, 2019).

## ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

Para el desarrollo de este trabajo se ha utilizado un microscopio electrónico de barrido de emisión de campo, modelo Gemini Ultra 55, fabricado por la empresa Zeiss y con una resolución subnanométrica a 15 kV. Se han llevado a cabo capturas de distintas zonas con la finalidad de crear una imagen representativa del diente.

Las fotografías obtenidas mediante este método de microscopía han sido analizadas con el programa de análisis de imágenes IPWin4 para determinar el tamaño de grano de cada una de las muestras, así como evaluar forma que presentan los implantes dentales fabricados en su superficie. Para ello es necesario que la superficie esté pulida y sea lo más plana posible.

ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE  
TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

## CAPÍTULO 3: RESULTADOS

ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE  
TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

## ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

En el presente apartado se van a comentar los resultados obtenidos durante el desarrollo del proyecto con el objetivo de demostrar la viabilidad como alternativa del método de sinterización por microondas frente al sinterizado en horno convencional debido a la superioridad de las propiedades obtenidas. Para ello se llevará a cabo una comparación entre las piezas obtenidas por cada método. En primer lugar, se analizará el proceso de sinterización, teniendo en consideración los parámetros del tiempo y la energía empleadas en ambos métodos. Después se observarán las fases presentes en la estructura molecular de las muestras mediante el proceso de la DRX. En tercer lugar, se considerarán las propiedades mecánicas de las piezas obtenidas, tales como la densidad, la dureza y la tenacidad. Y, por último, se tendrá en cuenta el tamaño de grano resultante, determinado mediante el uso de la técnica de microscopía de barrido MEB. Todos estos procesos se llevan a cabo con el fin de esclarecer cuál de los dos métodos es el idóneo para la sinterización de la circona.

El material utilizado en el desarrollo del proyecto ha sido el 4.5Y-TZP, su estado antes de sinterizar, como se ve en la Figura 3.1, presenta un estado tizoso.



Figura 3. 1 Implantes dentales antes del proceso de sinterización

En la Tabla 3.1 se ha resumido la nomenclatura que se utilizará de ahora en adelante para nombrar las distintas piezas que se han obtenido:

Los materiales de partida han sido los implantes dentales parcialmente sinterizados de *Zenostar T* suministrados por la empresa *Ivoclar Vivadent*.

Tabla 3. 1 Nomenclatura establecida para el proyecto

Tipo de Procesado	Temperatura de Sinterización (°C)	Tiempo de Procesado	Nomenclatura
Horno Convencional	1300	1h	HC-1300
Horno Convencional	1400	1h	HC-1400
Microondas Electromagnético	1200	10min	MW-1200
Microondas Electromagnético	1300	10min	MW-1300

### 3.1 PROCESO DE SINTERIZACION

Este apartado trata, como se ha explicado anteriormente, sobre los dos métodos de sinterización empleados en el proyecto para la elaboración de las prótesis dentales de 4.5Y-TZP: el método convencional y la elaboración horno microondas. La comparación entre ambos procesos se establece entre los tiempos de elaboración y el gasto energético.

#### 3.1.1 EMISIVIDAD DE LAS MUESTRAS

La medida de la emisividad del material es de vital importancia cuando se utiliza el método de sinterización por microondas debido al sistema de transferencia de calor que emplea este proceso. Debido a que las microondas son directamente absorbidas y transformadas en calor por la muestra, la pieza y la cavidad donde se aloja no tienen por qué estar a la misma temperatura. Sin embargo, este fenómeno no ocurre en hornos convencionales, pues en este proceso se calienta la muestra empleando mecanismos convencionales de transferencia de calor: conducción, convección y radiación. De esta forma la cavidad del horno y la pieza se encuentran a la misma temperatura.

Debido a las razones mencionadas, para medir la temperatura de una pieza elaborada en un horno convencional basta con utilizar un termopar que registre la temperatura de la cavidad donde se encuentra la muestra. A diferencia de este método, para medir la temperatura en horno microondas se utiliza un pirómetro óptico que muestre la temperatura de la superficie de la muestra, similar al de la Figura 3.2. El uso correcto del pirómetro óptico necesita del conocimiento de la emisividad del material, e. La emisividad es una propiedad de la materia que hace referencia a la capacidad que posee un objeto para emitir radiación térmica, la cual, varía con la temperatura.



*Figura 3. 2 Imagen de un pirómetro óptico y un controlador (ibertronix.com, s.f.)*

Existen dos métodos para la calibración del pirómetro: el primero, consiste en colocar el material en un horno y medir la temperatura de su superficie simultáneamente con un termopar y con el pirómetro. La emisividad que registra el pirómetro se modifica hasta conseguir que ambos aparatos marquen la misma temperatura. El segundo método se basa en utilizar como referencia otro objeto cuya emisividad sea conocida.

El procedimiento que hay que seguir para obtener la medida de la emisividad utilizando el primer método, que es el que se ha seguido en este proyecto, consta de los siguientes pasos:

- 1) Se posiciona la muestra de 4.5Y-TZP dentro del horno a una altura que permita que el haz de luz del pirómetro incida justo en el centro de la pieza de ensayo.

## ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

- 2) Se programa el horno para que funcione en el rango de temperaturas entre 1000 y los 1500 °C. En este trabajo se ha programado el horno con una rampa de subida de 10 °C/min hasta llegar a los 1100 °C. Después de una estancia de 20 minutos, se incrementa 100 °C.
- 3) La temperatura de la superficie de la muestra es medida con el pirómetro
- 4) Se modifican los valores de la emisividad de la consola del controlador del pirómetro para hacer coincidir la temperatura que mide el termopar, con la registrada por el pirómetro.

Siguiendo estos sencillos pasos se obtiene el valor de la emisividad que habrá que introducir en el pirómetro cuando se sintericen las muestras en el horno microondas. Los valores de la emisividad que han resultado de este proceso se recogen en la Tabla 3.3.

*Tabla 3. 2 Emisividad de la circona a distas temperaturas*

Temperatura (°C)	Emisividad	Transmitancia
1100	0.911	1
1200	0.94	1
1300	0.922	1
1400	0.941	1

### 3.1.2 SINTERIZACION DE LAS MUESTRAS

Las condiciones de sinterización para las muestras HC-1300 y HC-1400 procesadas en el horno convencional han sido de una rampa de subida inicial de 10 °C/min hasta llegar a la temperatura de sinterización, es decir 1300 y 1400 °C respectivamente. Una vez alcanzada esta temperatura se han mantenido las muestras durante 1 h a dicha temperatura (Figura 4.2). Después de esto, se ha sometido las piezas a una rampa de enfriamiento de 10 °C/min. La duración total del proceso ha sido de 320 minutos, es decir de 5 h y 20 min.

En la sinterización por microondas, se realizó una prueba previa del método para seleccionar las condiciones idóneas a utilizar en la posterior sinterización de los implantes dentales. En dicha prueba se seleccionaron tres temperaturas (1100, 1200 y 1300 °C), rampas de calentamiento de 50 a 100 °C/min y la conveniencia del uso, o no, de susceptores de SiC, ya sea en pastilla o en polvo. El motivo de estas pruebas realizadas radica en que el mayor problema de la sinterización por microondas es el control del calentamiento. De este modo, después de las pruebas realizadas se ha concluido que las condiciones para el desarrollo de las muestras sean: 1200 y 1300 °C, a 65 °C/min con susceptor en polvo.

Las muestras MW-1200 y MW-1300, han sido procesadas utilizando las condiciones de sinterización mencionadas anteriormente. El proceso ha comenzado con una rampa de calentamiento de 65 °C/min hasta llegar a las temperaturas de 1200 y 1300 °C, respectivamente. Al concluir un tiempo de estancia de 10 minutos a la máxima temperatura se inicia un ciclo de enfriamiento de 80 °C/min. Al finalizar el proceso, el tiempo total empleado ha sido de 46 minutos (Figura 3.3)

## ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

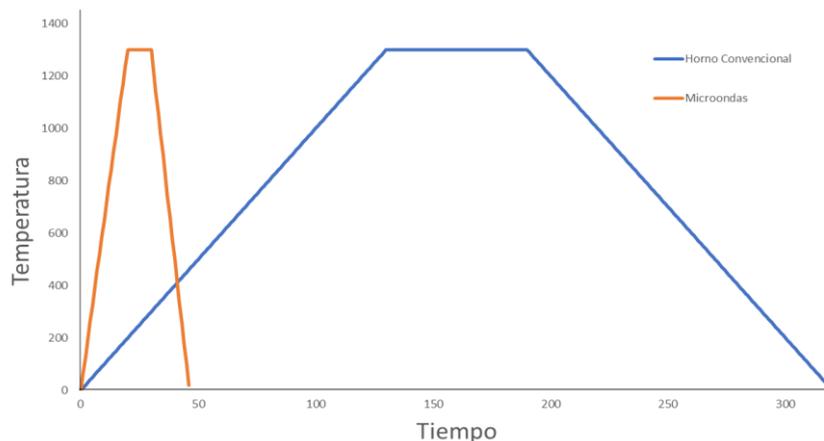


Figura 3. 3 Gráfico comparativo de los dos métodos de sinterización: horno convencional (azul) y horno microondas (naranja)

Como puede comprobarse tanto en la imagen comparativa de la Figura 3.3, como en los datos mencionados anteriormente, la sinterización por microondas supone un ahorro de tiempo considerable, en concreto, las piezas se producen un 85 % más rápido que por el método de sinterización en horno microondas.

En la figura 3.4 se ilustra el aspecto e los implantes dentales tras el proceso de sinterizado.



Figura 3. 4 Implante dental después de la sinterización

Por otro lado, el consumo energético de ambas máquinas se detalla en la Tabla 3.4:

Tabla 3. 3 Potencia consumida por cada método de sinterización

Método de Sinterización	Especificaciones de Potencia del equipo (W)	Tiempo/unidad (h)	Potencia consumida/unidad (kW)
Horno Convencional	4500	5.333	23.998
Microondas	800	0.7667	0.613

Según marca la Tabla 3.4, el método de sinterización por microondas supone un ahorro en potencia consumida del 97.44 % respecto del proceso en horno convencional.

### 3.2 DETERMINACION DE LAS FASES PRESENTES

El primer tratamiento al que se han sometido las muestras descritas ha sido la difracción de rayos x, DRX. Mediante el uso de este método se determina la composición interna del material y permite determinar las fases presentes en el material, tanto para cada una de las piezas que se han sinterizado, como para el polvo de partida. La forma de proceder consiste en identificar los ángulos en los que hay un pico de intensidad en el difractograma y compararlos con un patrón de referencia, en donde se encuentran los ángulos de difracción que se corresponden a cada fase.

Haciendo uso de las referencias mencionadas, se han obtenido los ángulos de difracción en los cuales la circona 3Y-TZP presenta picos reconocibles de intensidad, pudiendo de esta forma identificar la presencia de fase monoclinica y tetragonal. Para la fase monoclinica, los picos aparecen en ángulos de 24.2°, 28.2°, 31.2° y 34.1° aproximadamente. Para la fase tetragonal, los picos de intensidad pueden encontrarse a 30.2°, 34.6°, 35.2°, 50.7°, 59.5°, 60.1°, 62.8°, pudiendo variar mínimamente su valor. La fase cúbica, presenta los picos de intensidad para los ángulos de difracción de 30.1°, 35.0°, 50.3°, y 60.0°.

Una vez conocidos los ángulos de difracción para los cuales los picos de intensidad marcan la presencia de una fase o de otra en el material de referencia, se analizan los difractogramas de las circonas obtenidas en este trabajo. Cabe destacar que los ángulos de difracción para los cuales aparecen los picos de intensidad pueden variar ligeramente respecto de la referencia, esto es debido a que el material utilizado en el proyecto (*Zenostar T*) presenta un 4.5 % Itria ( $Y_2O_3$ ), mientras que la circona que se ha marcado como referencia está compuesta por un 3 % de Itria.

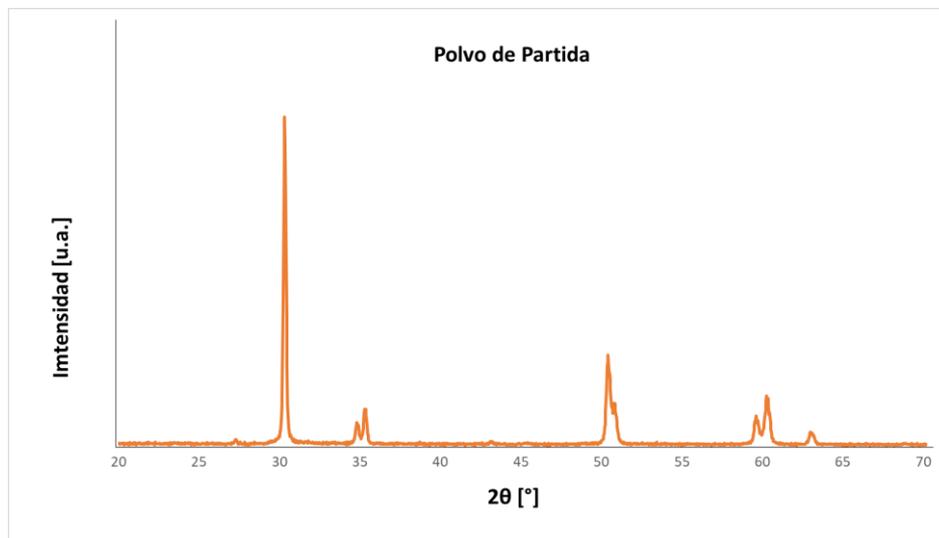


Figura 3. 5 Difractograma del polvo de partida

En el polvo de partida (Figura 3.5) se puede observar que predomina la fase tetragonal, puesto que los picos de intensidad se dan para los ángulos mencionados anteriormente. También se observa que existe la presencia de fase monoclinica en el material, aunque la cantidad porcentual es muy pequeña puesto que el pico de intensidad es significativamente más pequeño que el resto.

En el difractograma de las piezas procesadas en horno convencional (Figura 3.6) se aprecia la existencia en toda la muestra de fase tetragonal ya que los picos de intensidad coinciden con los ángulos de difracción mencionados en el material de referencia para esta fase, del mismo modo que en el polvo

## ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

de partida. Sin embargo, a diferencia de este, en las muestras sinterizadas no se observa la presencia de fase monoclinica, por lo que se determina que el proceso de sinterización ha transformado la circonita por completo en fase tetragonal tanto para la HC-1300 como para la HC-1400.

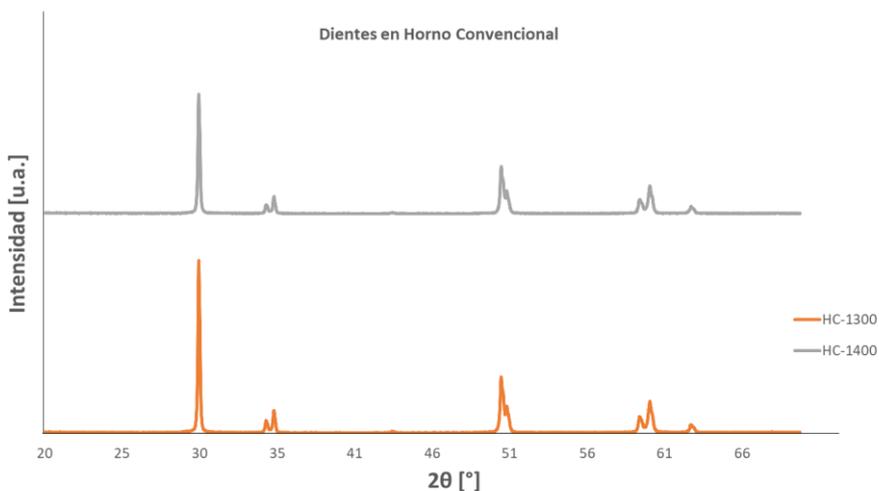


Figura 3. 6 Diffractograma de las muestras sinterizadas en horno convencional

En último lugar, en el difractograma de las circonas obtenidas en el horno microondas (Figura 3.7), puede observarse del mismo modo que para las muestras sinterizadas en horno convencional que la totalidad de la pieza se ha sinterizado en fase tetragonal puesto que los picos de intensidad se sitúan en los ángulos de difracción que marca la referencia para la fase tetragonal. Al igual que para el caso anterior, el pico perteneciente a la fase monoclinica que se advertía en el polvo de partida ha desaparecido como consecuencia del éxito del proceso de sinterización.

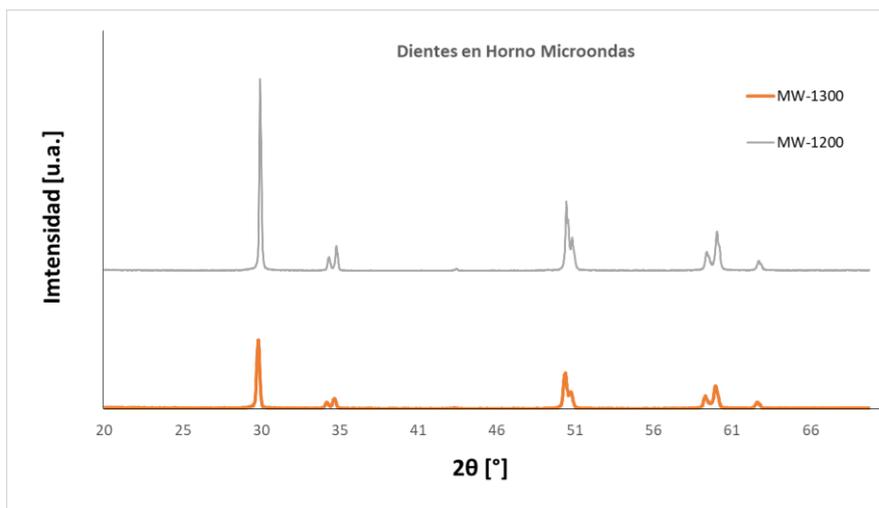


Figura 3. 7 Diffractograma de las muestras sinterizadas en horno microondas

Puede comprobarse que, tanto por el método convencional, como en el horno microondas, se ha conseguido sinterizar el material al 100 % en fase tetragonal.

### 3.3 DENSIDAD DE LAS MUESTRAS

El grado de densificación de las muestras se ha medido por medio del método de Arquímedes después de sinterizar las piezas. El objetivo es comprobar mediante cuál de los dos métodos se obtienen circonas más densas y, por lo tanto, menos porosas.

Los resultados de la densificación de las muestras tras el sinterizado se resumen en la Figura 3.8:

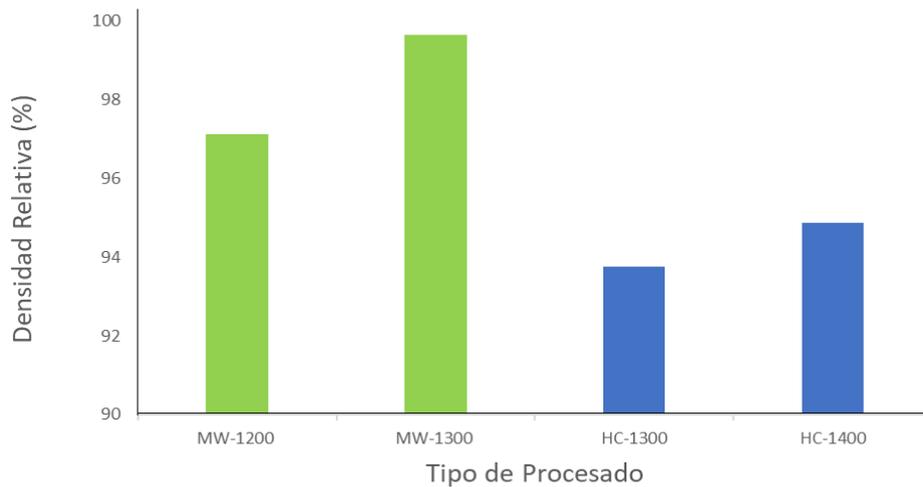


Figura 3. 8 Gráfico comparativo entre la densidad relativa del material y el tipo de procesado al se ha sometido

Como puede comprobarse en el gráfico de la Figura 3.8, las muestras sinterizadas en el microondas han producidas piezas con un mayor grado de densificación, superando ambas el 95 % de densidad relativa. Hay que destacar la relación directamente proporcional entre la temperatura de sinterización y la densificación del material, debido a esto, se demuestra que la pieza MW-1300, tiene una densidad relativa del 99.7 %. Sin embargo, la circona MW-1200, ha obtenido un grado de densificación del 97.1 %.

En el caso de las muestras procesadas en el horno convencional, se observa ninguna de las dos llega al 95 % de densidad relativa, aunque la pieza producida a 1400 °C, la HC-1400, está muy al haber logrado una densificación del 94.8 %. Un hecho importante que se percibe es que, a diferencia del método de las microondas, la relación existente entre la temperatura de sinterización y el grado de densificación es menor. Como resultado, se tiene que la circona HC-1300, ha densificado hasta el 93.7 %.

Comparando ambos métodos se corrobora la hipótesis de que el método de las microondas produce muestras más densas, puesto que las dos piezas fabricadas usando este procedimiento poseen mayor densidad relativa que las procesadas empleando el método convencional. Para aumentar el grado de densificación en las muestras desarrolladas por el método convencional habría que aumentar la temperatura de sinterización, con el consiguiente aumento en consumo energético.

### 3.4 TAMAÑO DE GRANO

El tamaño de grano se ha determinado utilizando la técnica de microscopía electrónica de barrido de emisión de campo, MEB-EC. Para ello se ha debido seleccionar una superficie en cada muestra que fuese lo suficientemente lisa y pulirla hasta disponer de acabado de espejo. De esta forma es posible

## ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

observar la morfología de la estructura interna del material cerámico estudiado. Se han tomado medidas en 70 granos por cada muestra, realizando 10 medidas por grano y realizando la media para reducir el error de medida debida a la forma de los granos o debida al paralelaje al tomar la medida con el programa informático.

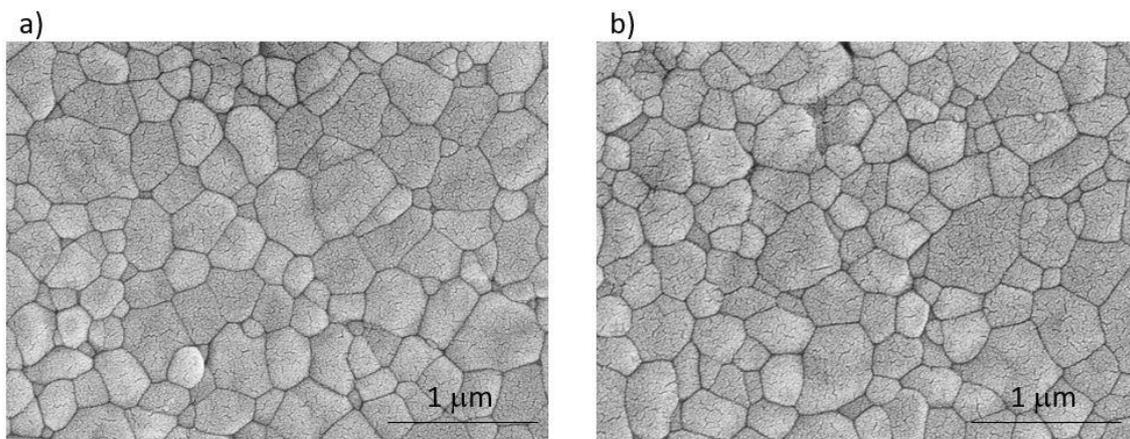


Figura 3. 9 Tamaño de grano de las muestras obtenidas con el método de microondas: a) MW-1200 y b) MW-1300.

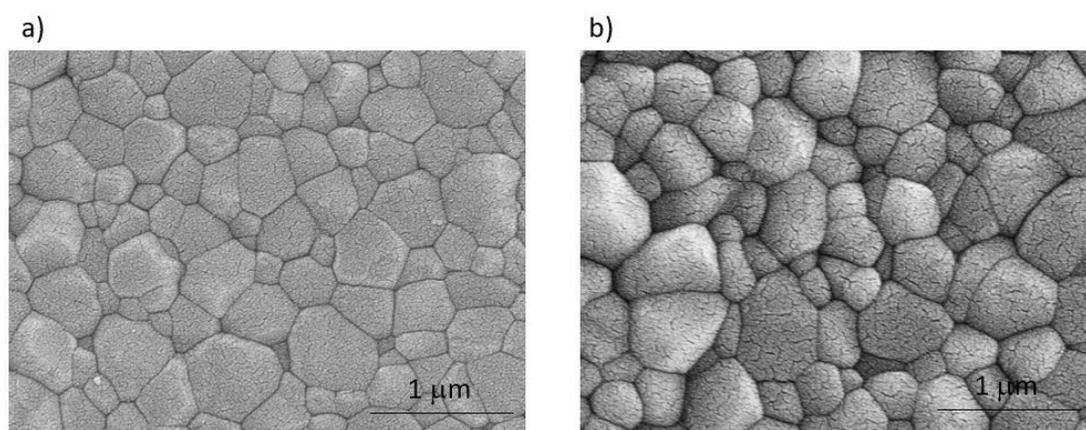


Figura 3. 10 Tamaño de grano de las muestras obtenidas en el horno convencional: a) HC-1300 y b) HC-1400.

En la Tabla 3.5 Se han anotado los tamaños de grano de cada muestra, así como la desviación de los datos obtenidos, con el fin de determinar también la uniformidad de la microestructura en la muestra. Todas las medidas se han tomado con el programa IPWin4.

## ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

Tabla 3. 4 Tamaño de grano de los implantes dentales según el método de sinterización

Pieza	Tiempo de Estancia [min]	Tamaño de Grano [nm]
MW-1200	10	290.1 ± 60.2
MW-1300	10	280.3 ± 82.5
HC-1300	60	374.9 ± 56.3
HC-1400	60	400.5 ± 65.3

Según los resultados obtenidos para las piezas sinterizadas mediante el método de microondas (Figura 3.9), puede determinarse respecto del tamaño de grano, que el diente MW-1300 es un 3.3 % más pequeño que el MW-1200. Este hecho es de significativa importancia, como se comprobará posteriormente cuando se analicen las propiedades mecánicas, puesto que MW-1300 se ha sinterizado con 100 °C más y ha logrado densificar más, tal y como se ha expuesto en el apartado anterior.

Las muestras procesadas por el método convencional (Figura 3.10) han resultado tener el comportamiento esperado. En concreto, la pieza HC-1400, sinterizada empleando 100 °C más que en HC-1300, tiene un tamaño de grano un 6.4 % superior.

Es preciso señalar que, en la comparativa entre los dos métodos de sinterización empleados en el proyecto, los implantes dentales producidos en el microondas han resultado tener un tamaño de grano entre un 22.6 % y un 30 % menor que las piezas sinterizadas en el horno, debido a que el tiempo de sinterizado es significativamente menor.

### 3.5 PROPIEDADES MECANICAS

Las características mecánicas se han medido sometiendo las muestras a ensayos de microindentación, con el fin de, primero medir, y después comparar los resultados de la dureza Vickers y la tenacidad a fractura de los implantes dentales elaborados por los dos métodos que se están estudiando. Todo ello para determinar qué método confiere al material mejores propiedades mecánicas.

#### 3.5.1 ENSAYO DE DUREZA VICKERS

El ensayo de dureza se ha realizado determinando previamente una superficie lo suficientemente expuesta en el diente para poder realizar correctamente las indentaciones con 1 kg de carga. Por cada diente se han realizado en total seis huellas con el microdurómetro para poder tener un estadístico representativo y poder realizar la media de los resultados obtenidos (Figura 3.11).

## ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

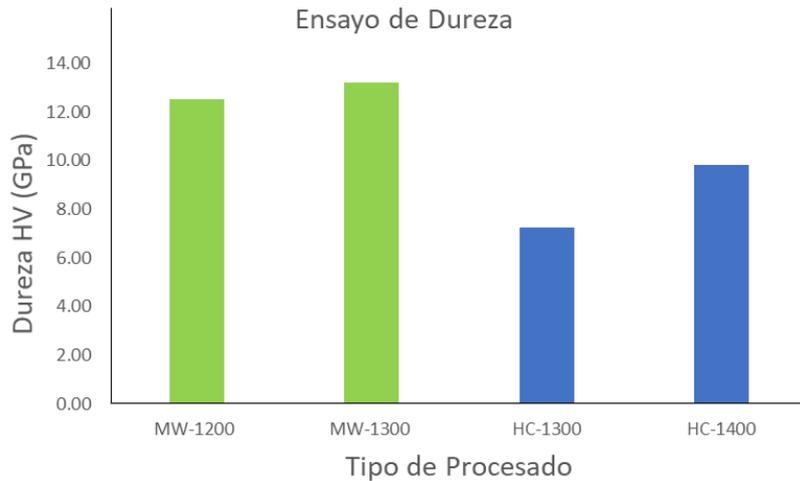


Figura 3. 11 Gráfico comparativo de la dureza Vickers del material.

Tal y como puede concluirse de la información del gráfico de la Figura 3.9, los implantes dentales sinterizados en el microondas son entre un 21.3 % y un 45.1 % más duros que las muestras sinterizadas en el horno convencional. De hecho, estas muestras han superado la dureza teórica esperada para la circona 4.5Y-TZP, la cual es de 12 GPa.

Atendiendo a las piezas procesadas en el microondas en concreto, se ha obtenido que la dureza del diente MW-1200 es de 12.5 GPa. No obstante, la muestra sinterizada a más temperatura, el diente MW-1300 tiene una dureza de 13.2 GPa. Puede comprobarse de esta manera que el efecto de la temperatura influye en la dureza del material, aunque de una manera no concluyente puesto que el valor es prácticamente el mismo, siendo MW-1300 un 5.3 % más dura que el diente producido a 1200 °C.

En el material sinterizado en horno convencional también existe la influencia de la temperatura mencionada anteriormente. De hecho, en este caso es más acusado y la muestra HC-1400, con una dureza de 9.84 GPa, es un 26.3 % más duro que el diente HC-1300, con 7.25 GPa.

### 3.5.2 TENACIDAD A FRACTURA

En la determinación de la tenacidad a fractura del material para los dos métodos estudiados se ha llevado a cabo un experimento en el cual se han realizado 6 indentaciones por diente con una carga de 15 kg. Después se ha utilizado la ecuación de Evans para la obtención de los resultados de la tenacidad que se ha llegado a alcanzar por cada método y para las distintas temperaturas de ensayo. Los resultados del procedimiento se muestran en la Figura 3.12 estableciendo una comparación entre ellos.

## ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

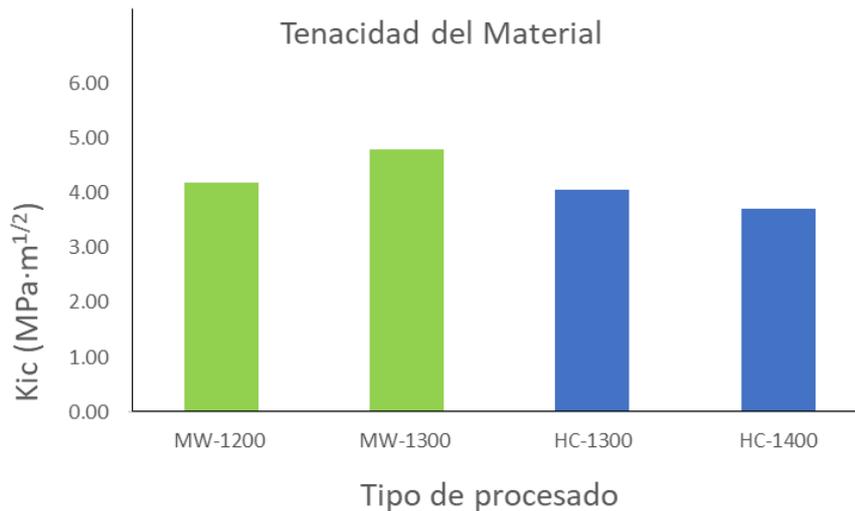


Figura 3. 12 Gráfico comparativo de la tenacidad del material para los dos métodos de procesamiento y temperaturas.

Los resultados obtenidos en este trabajo son inferiores a los valores teóricos de la circona 3Y-TZP, los cuales rondan en 6 – 7 MPa·m<sup>1/2</sup>. No obstante, en la bibliografía se han encontrado proyectos con valores de tenacidad en el rango de 3 – 5 MPa·m<sup>1/2</sup> para este material, que se admiten como válidos para aplicaciones dentales. En estos trabajos se elaboraron piezas de circona 3Y-TZP en microondas a 1200 y 1300 °C con estancias de 10 min, y en horno convencional a 1400 °C y 1 hora de estancia, se obtuvieron valores de 4.5 y 4.6 MPa·m<sup>1/2</sup> respectivamente (Borrell A. S.-F.-C., 2013) (Borrell A. S.-F., 2012) (Ferrando Cerdá, 2013).

Las muestras sinterizadas con el método de las microondas han resultado ser las más tenaces del estudio, hecho que corrobora la hipótesis de partida del proyecto de que el método de microondas repercute en propiedades mecánicas superiores. El valor de tenacidad de la muestra MW-1200 es de 4.19 MPa·m<sup>1/2</sup>. El diente MW-1300 tiene una tenacidad un 12.3 % superior, con un valor de 4.78 MPa·m<sup>1/2</sup>. Estos resultados se encuentran dentro del rango de valores admisibles para circonas dentales 3Y-TZP variando este entre los valores de 3 - 5 MPa·m<sup>1/2</sup> como se ha mencionado anteriormente [1,12]. El hecho de que la tenacidad del diente MW-1300 sea mayor, a pesar de estar elaborado a una temperatura 100 °C superior, se explica debido a que la muestra es más densa y tiene un tamaño de grano inferior que la MW-1200, por lo que es menos porosa y tiene menos microgrietas. Todo esto repercute directamente en unas propiedades mecánicas superiores

La muestra HC-1300, elaborada en el horno convencional a 1300 °C, presenta una tenacidad de 4.05 MPa·m<sup>1/2</sup>, lo cual supone un 8.64 % más que el diente HC-1400, con 3.7 MPa·m<sup>1/2</sup> de tenacidad. Se demuestra de esta forma que, por este método, al aumentar la temperatura, la dureza aumenta, pero la fragilidad también, debido a que el tamaño de grano también se hace mayor. Por lo tanto, resulta en una pieza menos tenaz.

Comparando ambos métodos entre sí, se ha determinado que la sinterización por microondas produce, para las temperaturas de elaboración de las piezas de este proyecto, implantes dentales entre un 3.34 % y un 22.6 % más tenaces que las piezas procesadas en el horno convencional.

ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE  
TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

## CAPITULO 4: PRESUPUESTO

ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE  
TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

En esta parte del trabajo se va a detallar el presupuesto del proyecto.

## 4.1 EQUIPO

Los precios del equipo utilizado en el proyecto se detallan en la Tabla 4.1. Es importante indicar que, puesto que el periodo de amortización de los equipos es de 10 años, se ha considerado que una parte de ellos ya ha sido amortizada. Esta consideración se ha tenido en cuenta debido a que los equipos que se han empleado, pertenecientes al Instituto Tecnológico de Materiales (ITM), han permanecido en sus instalaciones más de diez años. En conclusión, el precio del equipamiento se ha determinado en 252 225,00 €, doscientos cincuenta y dos mil doscientos veinticinco euros.

Tabla 4. 1 Coste del equipo utilizado en el proyecto

Equipos	Cantidad	Precio por unidad (€)
<b>Balanza de precisión y Equipamiento de medida de densidad</b>	1	8 000,00
<b>Microondas para sinterizado</b>	1	50 000,00
<b>Placa calefactora con agitación magnética</b>	1	325,00
<b>Embutidora</b>	1	63 000,00
<b>Microdurómetro y Equipo informático</b>	1	22 900,00
<b>Microscopio óptico y Equipo informático</b>	1	80 000,00
<b>Horno convencional</b>	1	28 000,00
<b>Total</b>		<b>252 225,00</b>

## 4.2 MEDICIONES

En este apartado se han llevado las mediciones estimadas de la mano de obra (Tabla 4.2), los materiales utilizados en el laboratorio (Tabla 4.3), los reactivos y productos (Tabla 4.4), energía eléctrica (Tabla 4.5) y los servicios técnicos empleados en el Desarrollo del trabajo (Tabla 4.6).

En los costes de la mano de obra se han incluido varios apartados. En el apartado de la directora de proyecto, se recogen: las reuniones de comienzo, seguimiento, aclaración de dudas, bibliografía añadida y correcciones efectuadas. El apartado de técnico de laboratorio hace referencia a las horas que los técnicos han empleado en el apoyo para el uso del equipo y la búsqueda bibliográfica. Por último, se estima el tiempo invertido por el estudiante de ingeniería en la ejecución del Proyecto y en la redacción del documento final.

ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE  
TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

Tabla 4. 2 Mediciones de la mano de obra

Persona	Unidad de medida	Cantidad
<b>Directora de Proyecto</b>	h	54
<b>Técnico de Laboratorio</b>	h	10
<b>Estudiante de ingeniería</b>	h	300

La Tabla 4.3 resume las mediciones de las herramientas utilizadas en el laboratorio:

Tabla 4. 3 Mediciones de las herramientas de laboratorio utilizadas

Herramienta	Unidad de Medida	Cantidad
<b>Vaso de precipitado 100mL</b>	Ud	4
<b>Pinzas metálicas</b>	Ud	1
<b>Espátula metálica</b>	Ud	1
<b>Crisol cerámico</b>	Ud	1
<b>Caja de guantes de latex</b>	Ud	1
<b>Discos de lapeado</b>	Ud	6

La Tabla 4.4 recoge las mediciones relativas a los reactivos y productos.

Tabla 4. 4 mediciones de reactivos y productos

Material	Unidad de Medida	Cantidad
<b>Circona estabilizada con un 4.5% de Itria</b>	g	200
<b>Agua destilada</b>	mL	2000
<b>Abrasivo de pasta de diamante</b>	mL	500
<b>Resina de embutir</b>	g	210

En la Tabla 4.5 se han recogido las mediciones de la energía eléctrica consumida.

Tabla 4. 5 Mediciones de la energía eléctrica consumida

Equipo	Potencia (W)	Horas de uso estimadas (h)	Unidad de Medida	Cantidad
--------	--------------	----------------------------	------------------	----------

ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE  
TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

<b>Balanza de precisión</b>	15,5	2	kW.h	0,03
<b>Microondas de sinterización</b>	800	0,7667	kW.h	0,61
<b>Placa calefactora con agitación magnética</b>	1020	5	kW.h	5,10
<b>Cortadora de hilo de diamante</b>	750	6	kW.h	4,50
<b>Embutidora</b>	1000	4	kW.h	4,00
<b>Pulidora</b>	570	15	kW.h	8,55
<b>Microdurómetro + Equipo informático</b>	150	12	kW.h	1,80
<b>Microscopio óptico + equipo informático</b>	320	10	kW.h	3,20
<b>Horno convencional</b>	4500	5,333	kW.h	24,00
<b>Potencia total consumida</b>			kW.h	51,79

A continuación, en la tabla 4.6, se han resumido las mediciones de los servicios técnicos empleados en el desarrollo del proyecto

*Tabla 4. 6 Mediciones de los servicios técnicos que se han utilizado*

Servicio	Unidad de Medida	Cantidad
<b>Servicio de microscopia electrónica de la Universidad Politècnica de València FE-SEM team. Incluido material de preparación de muestras.</b>	h	10
<b>X-ray SCSi service. UPV en asociación con UV. Identificación de fases.</b>	muestra	20

### 4.3 CUADRO DE PRECIOS UNITARIOS

En esta sección se detallan los precios unitarios de la mano de obra, los materiales utilizados, los reactivos y productos, la energía eléctrica y los servicios técnicos necesarios para el desarrollo del proyecto.

*Tabla 4. 7 Cuadro de precios unitarios de la mano de obra*

Persona	Cantidad de Referencia	Precio (€)	Precio Unitario (€ ud <sup>-1</sup> )
<b>Director de Proyecto</b>	1	52,00	52,00
<b>Técnico de Laboratorio</b>	1	12,30	12,30
<b>Estudiante de Ingeniería</b>	1	12,50	12,50

*Tabla 4. 8 Cuadro de precios unitarios de las herramientas del laboratorio*

Herramienta	Cantidad de Referencia	Precio (€)	Precio Unitario (€ ud <sup>-1</sup> )
<b>Vasos de precipitado 100mL</b>	1	0,96	0,96
<b>Pinzas metálicas</b>	1	2,55	2,55
<b>Espatula metálica</b>	1	2,89	2,89
<b>Crisol cerámico</b>	1	3,20	3,20
<b>Caja de guantes de latex</b>	1	4,39	4,39
<b>Discos de lapeado</b>	1	200,00	200,00

ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE  
TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

Tabla 4. 9 Cuadro de precios unitarios de reactivos y productos

Material	Cantidad de Referencia	Precio (€)	Precio unitario (€ ud <sup>-1</sup> )
<b>Miligramo de Circona</b>	200	134,20	0,671
<b>Mililitro de agua destilada</b>	5000	10,92	0,002
<b>Mililitro de abrasivo de pasta de diamante</b>	1000	160	0,16
<b>Miligramo de resina para embutición</b>	2300	200	0,087

Tabla 4. 10 cuadro de precios unitarios de la energía eléctrica

	Cantidad de Referencia	Precio (€)	Precio Unitario (€ ud <sup>-1</sup> )
<b>Kilowatio-hora</b>	1	0,0855	0,0855

Tabla 4. 11 Cuadro de precios unitarios de los servicios técnicos

	Cantidad de Referencia	Precio (€)	Precio Unitario (€ ud <sup>-1</sup> )
<b>Hora de servicio FE-SEM microscopia electrónica, material incluido</b>	1	20	20
<b>X-ray difractometro por muestra</b>	1	8	8

#### 4.4 PRESUPUESTOS PARCIALES

En las tablas que se presentan a continuación, se recogen los presupuestos parciales de las distintas secciones del proyecto.

*Tabla 4. 12 Presupuestos parciales de la mano de obra*

<b>Concepto</b>	<b>Unidades</b>	<b>Precio unitario (€ ud<sup>-1</sup>)</b>	<b>Coste (€)</b>
Horas de la directora del proyecto	54	52,00	<b>2 808,00</b>
Técnico de Laboratorio	10	12,30	<b>123,00</b>
Ingeniero Estudiante	300	12,50	<b>3 750,00</b>

*Tabla 4. 13 Presupuestos parciales de la energía eléctrica*

<b>Concepto</b>	<b>Unidades</b>	<b>Precio unitario (€ ud<sup>-1</sup>)</b>	<b>Coste (€ kW<sup>-1</sup>h<sup>-1</sup>)</b>
Kilovatio - hora	51,79	0,0855	<b>4,43</b>

*Tabla 4. 14 Presupuestos parciales de las herramientas del laboratorio*

<b>Concepto</b>	<b>Unidades</b>	<b>Precio unitario (€ ud<sup>-1</sup>)</b>	<b>Coste (€)</b>
Vaso de precipitados 100 mL	4	0,96	<b>3,84</b>
Pinzas metálicas	1	2,55	<b>2,55</b>
Espátula metálica	1	2,89	<b>2,89</b>
Crisol cerámico	3	3,20	<b>9,60</b>
Caja de guantes de látex	1	4,39	<b>4,39</b>
Discos de lapeado	6	200	<b>1 200,00</b>

*Tabla 4. 15 Presupuestos parciales de reactivos y productos*

<b>Concepto</b>	<b>Unidades</b>	<b>Precio unitario (€ ud<sup>-1</sup>)</b>	<b>Coste (€)</b>
Miligramo de Circona estabilizada con un 4.5 % de ltria	1000	0,671	<b>671,00</b>
Mililitro de Agua destilada	2000	0,002	<b>4</b>
Mililitro de abrasivo de pasta de diamante	500	0,16	<b>80</b>
Miligramo de Resina de embutir	210	0,087	<b>18,27</b>

ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE  
TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

Tabla 4. 16 Presupuestos parciales de los servicios técnicos

Concepto	Cantidad de referencia	Precio unitario (€ ud <sup>-1</sup> )	Precio (€)
Hora de servicio de microscopía electrónica FE-SEM. Material incluido.	10	20	<b>200</b>
Muestra de difracción de rayos X.	20	8	<b>160</b>

#### 4.5 PRESUPUESTO TOTAL DEL PROYECTO

En la Tabla 4.17 se incluye el presupuesto total estimado para realización del proyecto es de 10 940,78 €, diez mil novecientos cuarenta euros y setenta y ocho céntimos:

Tabla 4. 17 Presupuesto total del proyecto

Concepto	Coste (€)
Mano de obra	6 681,00
Material de laboratorio	1 223,27
Reactivos y productos	773,27
Energía Eléctrica	4.43
Servicios técnicos	360
<b>Total (sin IVA)</b>	<b>9 041,97</b>
IVA (21 %)	1 898,81
<b>Total (IVA incluido)</b>	<b>10 940,78</b>

ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE  
TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

## CAPITULO 5: CONCLUSIONES

ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE  
TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

## ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

En este apartado del trabajo se han redactado las conclusiones del proyecto, estructurándolas según los apartados del capítulo 4.

- El tiempo de procesado es una de las mayores diferencias entre el método convencional y el de microondas. Mientras que la sinterización en microondas emplea 46 minutos en producir una pieza, el mismo proceso en el horno convencional gasta 5 horas y 20 minutos. Esto quiere decir que el método no-convencional es un 85 % más rápido que la fabricación en horno.
- En el ensayo DRX al que se ha sometido las muestras, se ha demostrado que ambos procedimientos consiguen el objetivo perseguido de transformar toda la fase monoclinica en fase tetragonal.
- El análisis de la densidad ha demostrado que las muestras sinterizadas en el microondas presentan un grado de densificación mayor, muy cercano al 100 % del valor teórico. Sin embargo, el valor más alto que se ha logrado en el horno convencional para las temperaturas del ensayo es del orden del 95 %.
- Otra de las ventajas que ofrece la sinterización en microondas frente al método convencional, es que este procedimiento ha conseguido reducir el tamaño de grano de las muestras. En concreto, se ha logrado un tamaño entre un 22.6 y un 30 % menor.
- Las propiedades mecánicas de los implantes dentales también es otro factor que se ha conseguido aumentar empleando la sinterización en microondas. Este método ha conseguido obtener piezas superiores en cuanto a dureza y tenacidad.

En resumen, la sinterización por microondas es capaz de producir implantes dentales con su forma final, un 85 % más rápido empleando temperaturas entre 100 y 200 °C menos. Todo sumado al hecho de que se han obtenido piezas entre un 3.3 y un 22.6 % más tenaces y entre un 21.3 y 45.1 % más duros, gracias a la reducción del tamaño de grano y al aumento del grado de densificación.

En consecuencia, por todo lo expuesto anteriormente, se ha determinado que queda demostrada la hipótesis de partida del proyecto y se concluye que, en efecto, el método de sinterización por microondas del material de circona 4.5Y-TZP, desarrolla implantes dentales de características superiores que su producción mediante el procedimiento convencional en un horno.

ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE  
TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

## CAPITULO 6: TRABAJO FUTURO

ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE  
TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

## ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

Los resultados obtenidos en este proyecto son prometedores de cara a la inclusión de esta tecnología en el ámbito industrial. Con vistas a un futuro trabajo fin de máster, se establecen tres vías de desarrollo en las que se debe enfatizar:

1. Variar el porcentaje de circona-itra de los implantes dentales.
2. Medir la coloración de los implantes a producir y determinar si es posible el desarrollo con el color final seleccionado.
3. Medir el desgaste tribológico que sufren los implantes dentales al estar en un ambiente húmedo que simule su ambiente de trabajo real como es la boca humana.

## BIBLIOGRAFÍA

- ACIERNO, D. B. (2004). Heat Transfer Phenomena during Processing Materials with Microwave Energy. *Heat and Mass Transfer*, 40(5), 413-420.
- Becher, P. F., & Swain, M. V. (1992). Grain-size-dependent transformation behavior in polycrystalline tetragonal zirconia. *Journal of the American Ceramic Society*, 75(3), 493-502.
- Borrell, A. S.-F. (2012). Mejora de las propiedades microestructurales de los materiales 3Y-TZP mediante técnicas de sinterización convencionales y no convencionales. *Ceramics International*, 38 (1), 39-43.
- Borrell, A. S.-F.-C. (2013). Microwave Sintering of Zirconia Materials: Mechanical and Microstructural Properties. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 10 (2), 313-320.
- Borrell, M. A., & Salvador, M. D. (2018). *Materiales cerámicos avanzados: procesado y aplicaciones*. Valencia: Universitat Politècnica de València.
- Callister, W. D. (2019). La estructura de los sólidos cristalinos; Aplicaciones y conformado de las cerámicas . En W. D. Callister, *Ciencia e ingeniería de los materiales*. (págs. 7-27; 431-457). Utah: Reverté.
- Casamayor, M., Hernandez, A. D., M., L. I., & Giraudi, R. T. (2012). Prótesis dental. Apuntes sobre su historia. *Revista Información Científica*, 76(4), 1-11.
- CORIC, D., CURKOVIC, L., & RENJO, M. (2017). Statistical analysis of Vickers indentation fracture toughness of Y-TZP ceramics. *Transactions of Famena*, 41(2), 1-16.
- Dental, S. C. (s.f.). *dentistagetafe.com*. Obtenido de *dentistagetafe.com*: [https://www.dentistagetafe.com/wp-content/uploads/2018/11/implante\\_vs\\_diente.jpg](https://www.dentistagetafe.com/wp-content/uploads/2018/11/implante_vs_diente.jpg)
- Duffó, G. (2011). Biomateriales. *De Materiales y Materias Primas, Ciudad Autónoma de Buenos Aires*.
- Ferrando Cerdá, M. (2013). Estudio sobre la sinterización mediante microondas de materiales de circonia nanométrica obtenida a través de conformado coloidal. *Doctoral dissertation, Universitat Politècnica de València*.
- Ferrer, C., Amigó, V., & Salvador, M. (1999). *Fundamentos de ciencia de los materiales (Tomo I)*. Valencia: EDITORIAL DE LA UPV.
- Ferrer, C., Amigó, V., Salvador, M., Cárcel, A., & Segovia, E. (2000). Materiales cerámicos para ingeniería. En *Fundamentos de ciencia de los materiales (Tomo II)* (págs. 261-298). Valencia: EDITORIAL DE LA UPV.
- Fischer-Cripps, A. C. (2007). Hardness. *Introduction to Contact Mechanics*, 150-153.
- gacetadental.com*. (s.f.). Obtenido de *gacetadental.com*: <https://gacetadental.com/wp-content/uploads/2020/11/Susceptores-642x377.jpg>
- Gruppe, I. V. (2015). *Instrucciones De Uso Zenostar MT / T / MO*.

ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE BIOCERÁMICAS DENTALES BASE CIRCONA OBTENIDAS MEDIANTE  
TECNOLOGÍA DE MICROONDAS

- Gupta, T. K., Bechtold, J. H., Kuznicki, R. C., Cadoff, L. H., & Rossing, B. R. (1977). Stabilization of tetragonal phase in polycrystalline zirconia. *Journal of Materials Science*, 12 (12), 2421-2426.
- ibertronix.com. (s.f.). Obtenido de ibertronix.com: <https://ibertronix.com/images/fixes/productes/pirometros/fixes/14.jpg>
- Moreno Botella, R. M. (2000). Tendencias en el conformado de suspensiones cerámicas. *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio* 39(5), 601-608.
- NEVAREZ, A., NEVAREZ, M., BOLOGNA, R., SERENA, E., CARREON, R., GOMEZ, M., . . . GONZALEZ, R. (2012). Características de los materiales cerámicos empleados en la práctica odontológica actual. *Revista ADM*, 157-163.
- OGHBAEI, M. M. (2010). Microwave versus Conventional Sintering: A Review of Fundamentals, Advantages and Applications. *Journal of Alloys and Compounds*, 494(12), 175-189.
- Piconi, C., & Maccauro, G. (1999). Zirconia como biomaterial cerámico. *BIOMATERIALES*, 20, 1-25.
- RADEVA, V. (2008). Adaptando el método de Arquímedes para determinar las densidades y porosidades de muestras pequeñas de cerámica. . *Red de Revistas Científicas de America Latina, el Caribe, España y Portugal*, 31(4), 565-585.
- Rieth, P., Reed, J., & Naumann, A. (1976). Fabricación y resistencia a la flexión de zirconia estabilizada con itria de grano ultrafino. *American Ceramic Society Bulletin*, 55 (8), 717-721.
- ROCHA, E., & DIAZ, S. (2008). Determinación De la tenacidad a la fractura mediante indentación Vickers. *6° Congreso Internacional sobre Innovación y Desarrollo Tecnológico*, 11(39), 52-58.
- Ruiz, L., & Readey, M. (1996). Efecto del tratamiento térmico en el tamaño de grano, ensamblaje de fases y propiedades mecánicas de 3 mol % Y-TZP. *Journal of the American Ceramic Society*, 79(9), 2331-2340.
- Tabares, J. A. (2012). Una visión general de los cerámicos de circona—estructura, propiedades y aplicaciones. *Revista Colombiana de materiales*, (2)., 1-18.
- tomasmarte.com. (s.f.). Obtenido de toasmarte.com: [https://www.tomasmarte.com/wp1/wp-content/uploads/2020/07/espectro\\_electromagnetico.jpg](https://www.tomasmarte.com/wp1/wp-content/uploads/2020/07/espectro_electromagnetico.jpg)
- Valdizán, J. M. (2017). Aprovechamiento y reciclaje de residuos de construcción y demolición mediante técnicas de sinterización. *Tesis doctoral. Universidad de Salamanca*.
- YOVANOVICH, M. M. (2006). Micro and Macro Hardness Measurements, Correlations, and Contact Models. *44th AIAA Aerospace Sciences Meeting and Exhibit*.