

[dx.doi.org/10.17488/RMIB.38.3.4](https://doi.org/10.17488/RMIB.38.3.4)

## Efecto de un tratamiento experimental de una superficie sobre la resistencia flexural en una zirconia Y-TZP

### Effect of an experimental surface treatment on Y-TZP zirconia flexural strength

B. C. Gómez<sup>1</sup>, C. J. Cortés-Rodríguez<sup>2</sup>, M. L. Calle<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Facultad de Odontología - Maestría en Odontología - Universidad Nacional de Colombia - Sede Bogotá - Grupo de Investigación en Biomecánica - GIBM - Colombia

<sup>2</sup>Departamento de Ingeniería - Mecánica y Mecatrónica - Universidad Nacional de Colombia - Sede Bogotá - Grupo de Investigación en Biomecánica - GIBM - Colombia

<sup>3</sup>Facultad de Odontología - Universidad Nacional de Colombia - Sede Bogotá - Colombia

#### RESUMEN

**Objetivo:** Analizar el efecto del microgranallado superficial como tratamiento experimental de regeneración, en la resistencia flexural y esfuerzos residuales de una Zirconia Y-TZP, una vez ha sido alterada con otros tratamientos mecánicos como microarenado y fresado. **Métodos:** Un total de 75 probetas de Zirconia Y-TZP fueron divididas en cinco grupos  $n=15$  y sometidas a tratamientos de superficie así: fresado y microarenado (Grupos 2 y 4) microarenado + microgranallado y fresado + microgranallado (Grupos 3 y 5), y comparadas con un grupo control (Grupo 1), mediante Difracción de Rayos X (DRX), Microscopía electrónica de barrido (SEM), Microscopía confocal (CLSM) y sometida a falla en máquina universal de ensayos. **Resultados:** Los grupos de microgranallado y microarenado presentaron un aumento significativo de la resistencia flexural  $p=0.0082$  con relación al grupo de fresado. Las mediciones mediante DRX no mostraron relación estadística con los cambios en la resistencia flexural. **Significancia:** Es posible que el microgranallado se considere un tratamiento para regenerar las propiedades mecánicas reducidas por fresado o arenado en la Zirconia Y-TZP.

**PALABRAS CLAVE:** Zirconia, Microarenado, Y-TZP, Transformación de Fase, Cerámicas Dentales, Análisis de Esfuerzos Residuales

### ABSTRACT

**Objective:** To analyze the effect of surface micro shot peening as an experimental regeneration treatment on the flexural strength and residual stresses of a Y-TZP Zirconia, once it has been altered with other mechanical treatments such as micro sandblasting and milling. **Methods:** A total of 75 Zirconia Y-TZP specimens were divided into five  $n = 15$  groups and subjected to surface treatments such as: milling and micro sandblasting (Groups 2 and 4) micro sandblasting + micro shot peening; and milling + micro shot peening (Groups 3 and 5), compared to a control group (Group 1), by X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), confocal microscopy (CLSM) and subjected to failure in a universal testing machine. All the results were compared to find a statistical relationship between them using a mixed linear model and Tuckey. **Results:** The groups of micro shot peening and micro sandblasting presented a significant increase of the flexural strength  $p = 0.0082$  vs the milling group. The XRD technique is not related to flexural strength measurements. **Significance:** It is possible that the micro shot peening be considered a treatment to regenerate the mechanical properties reduced by milling or sandblasting in Zirconia Y-TZP.

**KEYWORDS:** Zirconia, Sandblasting, Y-TZP, Phase Transformation, Dental Ceramics, Dental Stress Analysis/Methods, Surface Properties

### Correspondencia

DESTINATARIO: Carlos Andrés Gómez Salazar  
INSTITUCIÓN: Universidad Nacional de Colombia  
DIRECCIÓN: Carrera 45 #26-85, 111321, Bogotá, Colombia  
CORREO ELECTRÓNICO: [bcgomezs@unal.edu.co](mailto:bcgomezs@unal.edu.co)

### Fecha de recepción:

30 de mayo de 2017

### Fecha de aceptación:

3 de agosto de 2017

## INTRODUCCIÓN

La zirconia tetragonal policristalina estabilizada parcialmente con Itrio o zirconia Y-TZP de uso odontológico, es un material usado para restauraciones individuales y múltiples en rehabilitación<sup>[1]</sup>, que usualmente en la práctica clínica es retocado superficialmente mediante instrumentos rotatorios a alta velocidad con fresas diamantadas en busca de una óptima adaptación y/o erosionado con partículas amorfas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , SiC entre otros, a presiones de aire variables, para generar microtexturas que favorezcan la adhesión. Estos procesos conocidos como fresado y microarenado respectivamente, logran deformar la superficie del material, generando cambios de fase de tetragonal a monoclinica ( $t \rightarrow m$ ) en la estructura cristalina superficial, microgrietas, esfuerzos residuales y cambios en las propiedades mecánicas del material. Estudios anteriores han demostrado que el fresado puede llegar a generar cambios de fase a una profundidad de hasta  $4 \mu\text{m}$ <sup>[2]</sup>. De hecho, otros autores han demostrado que al fresar la superficie se pueden generar grietas de hasta  $15 \mu\text{m}$  de profundidad y de gran extensión dependiendo del tipo de herramienta utilizada en el proceso<sup>[3,4]</sup>.

Por otro lado, también se ha establecido que el cambio de fase  $t \rightarrow m$ , puede ser generado por abrasión de microarenado<sup>[5-7]</sup>, generando una disminución de la resistencia flexural del material y por consiguiente una disminución de su confiabilidad a largo plazo<sup>[7-9]</sup>. La severidad del daño, medido en la cantidad relativa de granos cambiados de fase  $t \rightarrow m$  se incrementa a mayor presión y tamaño de partícula<sup>[10]</sup>, al igual que en el fresado con instrumento rotatorio a alta velocidad a mayor tamaño del grano diamantado y presión ejercida durante el proceso<sup>[11-18]</sup>.

De cualquier modo, una vez presentes las alteraciones en la superficie, ya sean cambios de fase  $t \rightarrow m$ , la generación de microfracturas de diferente extensión y profundidad o una combinación de las dos, se generan

esfuerzos residuales de tensión y compresión a profundidades variables que pueden afectar el comportamiento mecánico del material<sup>[19-21]</sup>.

La mayoría de los estudios<sup>[20-25]</sup> relacionan directamente la cantidad de fase monoclinica en el material con una notable disminución de su resistencia flexural. Así mismo, otros estudios aseguran que el porcentaje de fase monoclinica se incrementa con el fresado<sup>[2-4,11-19]</sup>, y la abrasión por microarenado<sup>[5-10]</sup>.

Por ello, se ha buscado un tratamiento que sea capaz de regenerar el material mediante tratamientos térmicos a diferentes temperaturas, tratando de devolver los granos a fase tetragonal o disminuyendo los esfuerzos residuales en las microgrietas a nivel superficial<sup>[26-30]</sup>, pero no han sido probados tratamientos mecánicos superficiales experimentales para tratar de contrarrestar los efectos producidos por el fresado y el microarenado.

A diferencia del microarenado, el microgranallado se realiza con esferas o perlas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , SiC entre otros, lo cual no genera erosión superficial, sino un frente de deformación a profundidades variables dependiendo el tamaño de las perlas, presión de aire, distancia y tiempo utilizados. Las grietas se establecen siempre en los límites de grano en la superficie de los materiales policristalinos, propagándose ante las cargas y haciendo que el material falle. Cuando no existe límite de grano en la superficie, es más difícil que se genere una grieta y por tanto más difícil es su propagación<sup>[31,32]</sup>.

Al alterar mecánicamente la superficie de un material, se crea una capa amorfa deformada plásticamente carente de límite de grano, que se conoce como *white layer*, la cual puede tener un espesor en profundidad variable de hasta de  $40 \mu\text{m}$  dependiendo del tipo de tratamiento superficial realizado. Cuando la deformación superficial es causada por una herramienta de corte, el *white layer* se limita a máximo  $5 \mu\text{m}$  de profundidad, lo cual no es suficiente para generar cam-

bios en las propiedades mecánicas del material. Por otro lado, cuando el *white layer* es generado mediante microgranallado, puede tener más de 40 µm de profundidad siendo capaz de cambiar los valores de resistencia flexural del material.

El objetivo de este estudio fue evaluar las características morfológicas, esfuerzos residuales y resistencia flexural *in vitro* de la zirconia Y-TZP de uso odontológico sometida a diferentes tratamientos de superficie después de sinterizado, y un protocolo de regeneración mecánica.

**METODOLOGÍA**

Se fabricaron 75 probetas siguiendo la norma ISO 6872:2008 “Dentistry. Ceramic materials” NTC 4488 [33], con medidas 4 mm en ancho, 3 mm en espesor y 24 mm de largo de Y-TZP 3-5% molar de uso odontológico, a partir de bloques YZ 40/19 de VITA Zahnfabrik © para maquinado CAD/CAM en fase monoclinica, con una sierra de precisión “ISOMET 1000” de BUEHLER ®. Una vez cortadas, fueron secadas y llevadas a un horno de sinterización Zyrcomat VITA Zahnfabrik®, siguiendo las indicaciones del fabricante a 1530°C en cocción clásica. Posterior al sinterizado, se lavaron con alcohol al 70% por 20 minutos, se secaron con algodón y se constituyeron como la condición de base para asignarlas aleatoriamente a los grupos de estudio según la Tabla 1.

**TABLA 1. Selección de tratamientos, con la descripción del mecanizado inicial realizado y si se le hizo o no un posterior microgranallado.**

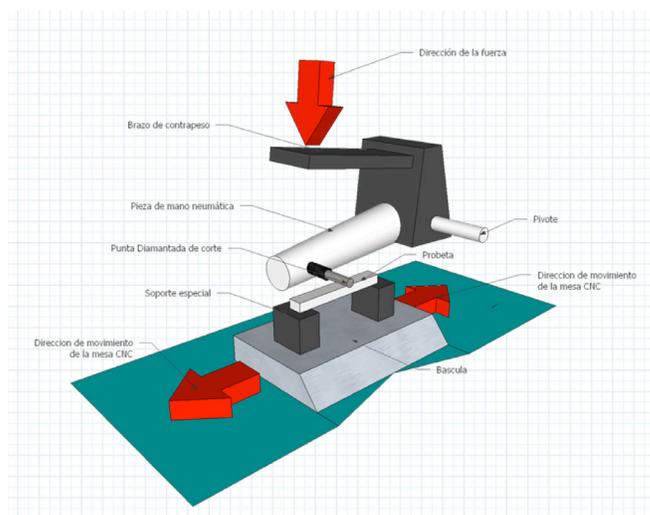
Control	F	F+	A	A+
Solo sinterizado	Fresado punta diamantada 25-40 µm Poca presión Alta irrigación	Fresado punta diamantada 25-40 µm Poca presión Alta irrigación	Arenado Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> con fines de mejoramiento de la cementación	Arenado Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> con fines de mejoramiento de la cementación
Sin tratamiento	Sin tratamiento experimental	Tratamiento experimental Microgranallado con fines de regeneración	Sin tratamiento experimental	Tratamiento experimental Microgranallado con fines de regeneración

A cada grupo le fueron asignadas 15 probetas a las cuales se les realizó el tratamiento respectivo al inicio del estudio.

Grupo Control: solo sinterizado. Grupos “A” y “A+”: se les realizó un microarenado con partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a 50 µm, por 20 segundos a una distancia de 10 mm con una presión de 4.5 bares como recomiendan otros autores [6,10,12-14], con un arenador de laboratorio EasyBlast® BEGO GmbH®.

Grupos “F” y “F+”: se les realizó mecanizado con instrumento rotatorio diamantado, “Zircon Diamond Bur” ® de Strauss&Co®, a 330.000 revoluciones por minuto con turbina neumática de uso odontológico con refrigeración por agua, durante 7 segundos a una presión constante de 60 gramos +/- 5 (0,5884 Newton), sobre una mesa de movimiento automatizado por control numérico computarizado (CNC).

La turbina neumática fue previamente ajustada a una presión de 35 bar para garantizar su máxima velocidad de 330.000 RPM. Para controlar la presión ejercida de la turbina se creó un soporte móvil con contrapesos, y se montó cada probeta en un soporte especial adherido a una microgramera AWS® sensible a décimas de gramo. Los contrapesos se graduaron para cada probeta para que la fuerza ejercida registrada fuera siempre 60g +/-5g. (Ver Figura 1)



**FIGURA 1. Diagrama esquemático del montaje para el mecanizado de las muestras.**

Para garantizar el tiempo del fresado, se montó todo el sistema sobre una mesa con movimiento automatizado (CNC) EMCO® de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Nacional de Colombia, programada para hacer tres movimientos de ida y regreso de 5 mm en eje Y, a una velocidad de 400 mm/min.

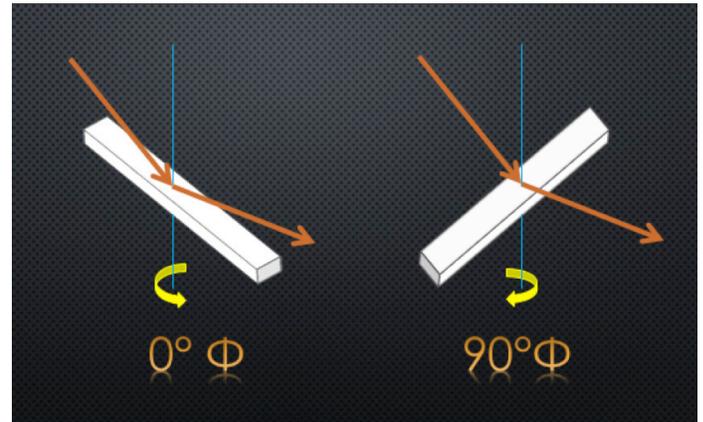
Adicional a los tratamientos iniciales, se probaron dos tratamientos experimentales de regeneración por microgranallado con perlas de  $Al_2O_3$  de 45  $\mu m$  de diámetro (320Mesh) de alta pureza (al 98.5%) *Military Standard MIL-STD 1504 B*.

Para ello a los grupos “F+” y “A+” se les realizó microgranallado a una distancia de 10 mm por 10 segundos a una presión constante de 4.0 bar, usando el mismo protocolo de microarenado.

A cada grupo se les realizó: Difracción de rayos X (DRX) para análisis y medición de esfuerzos residuales en dos direcciones de  $\Phi$   $0^\circ$  y  $90^\circ$  ( $\Phi$ ); Microscopía electrónica de barrido (SEM) para verificar la presencia de granos a nivel superficial, y Microscopía confocal (CLSM) para cuantificar la rugosidad, en las áreas mecanizadas y en el centro de los controles. Todas las probetas fueron sometidas a falla de tres puntos en máquina universal de ensayos inmediatamente después de los respectivos tratamientos [5-8], y por último, se realizó un segundo análisis mediante (SEM) en las superficies fracturadas después del ensayo de falla, para comprobar la existencia o no de una capa de afectación plástica similar al *white layer*.

Para el análisis de esfuerzos residuales por DRX, se tomó el pico 10 del patrón Yashima, Masatomo, Tsunekawa, Shin, *Acta Crystallographica, Section B*, 61, 161-164, (2006) [34], correspondiente al plano 0 2 2, y se realizó barrido para esfuerzos residuales con tubo emisor de Cobre, K- $\alpha$ ; tensión 45kV; 40mA, de  $61,004^\circ$  a  $64,996^\circ$  con 7 mediciones en  $0^\circ \Phi$  y 7 mediciones en  $90^\circ \Phi$  (Ver Figura 2), con tamaño de paso de

0.0262. El pico seleccionado ha sido utilizado para análisis de esfuerzos residuales en este material en investigaciones anteriores [35], debido a que es claro y se encuentra alejado de otros picos que dificulten su medición [36-38].



**FIGURA 2. Diagrama esquemático de las mediciones de esfuerzos residuales por DRX, a  $0^\circ$  y  $90^\circ \Phi$ .**

Para el primer análisis de superficie SEM, se tomaron imágenes a 4.000, 6.000, 12.000 y 24.000x, siempre dentro de las áreas con tratamientos y en el centro de las probetas en caso de los controles mediante un Microscopio Electrónico de Barrido FEI™ Quanta 200-r® del Laboratorio Interfacultades de Microscopía Electrónica de la Universidad Nacional de Colombia, a bajo vacío y sin recubrimiento.

Para el análisis de rugosidad, se realizaron mediciones mediante CLSM a 50 y 100x en un rango de entre 20 y 50  $\mu m$  según el tipo de maquinado y rugosidades propias de cada proceso, con un intervalo de paso de 0.25  $\mu m$ .

Para evaluar cuantitativamente la resistencia flexural del material, se utilizaron rodillos de apoyo de 5 mm ( $\pm 0,2$  mm) de diámetro situados de manera que sus centros estuvieran separados una distancia de 20 mm ( $\pm 0,5$  mm); la carga se aplicó en el punto medio de la distancia entre los apoyos, por medio de un tercer rodi-

llo de 5 mm ( $\pm 0,2$  mm) de diámetro. Los rodillos fueron de acero templado con una superficie lisa con una rugosidad  $Ra$  inferior a 0,5  $\mu\text{m}$ . Se aplicó una velocidad de avance del cabezal de 1 mm/min en máquina universal de ensayos Shimadzu®, Autograph AG-IS 5KN®.

Una vez realizados los ensayos de falla, se procedió a realizar un segundo análisis cualitativo SEM en el ángulo que conforma la superficie fracturada con la superficie propia de la muestra en el área tratada experimentalmente para determinar la presencia o no de deformaciones plásticas y su profundidad.

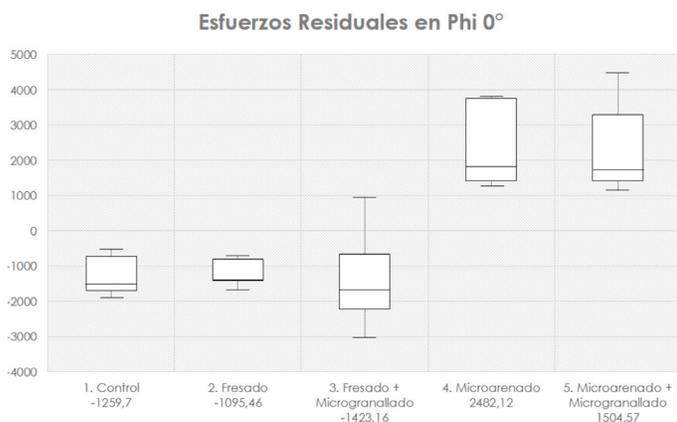
Mediante un modelo lineal mixto y método de Tuckey, se buscó establecer una relación estadística entre los valores del análisis de esfuerzos residuales por DRX y los de resistencia flexural. Los resultados de SEM y DRX fueron analizados.

## RESULTADOS

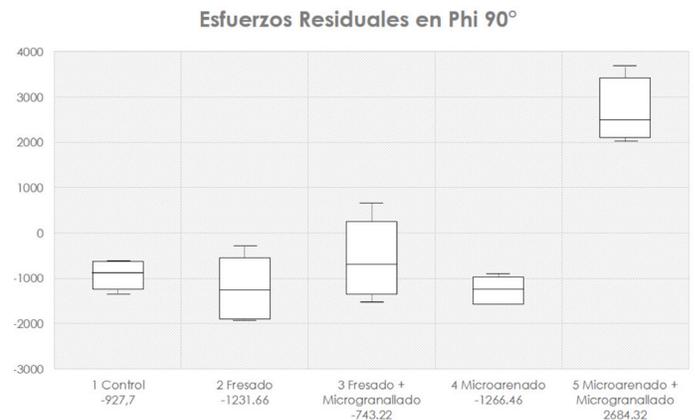
### Análisis de esfuerzos residuales por difracción de rayos X (DRX)

Los resultados para el análisis de esfuerzos residuales por DRX para cada uno de los grupos  $0^\circ \Phi$  y  $90^\circ \Phi$  se muestran a continuación en la Tabla 2 y en la Tabla 3, respectivamente.

**TABLA 2. Media de esfuerzos residuales por DRX medido en MPa, para cada uno de los grupos en  $0^\circ \Phi$ .**



**TABLA 3. Media de esfuerzos residuales por DRX medido en MPa, para cada uno de los grupos en  $90^\circ \Phi$ .**



El grupo “F”, disminuyó significativamente los valores de compresión por sinterización en las muestras en sentido longitudinal ( $0^\circ$  de  $\Phi$ ), con un promedio de (-1.095, 46 MPa), pero aumentó (-1.231,66 MPa) en sentido transversal ( $90^\circ$  de  $\Phi$ ), con relación a los controles. En el Grupo “F+”, se incrementaron los valores de compresión en dirección longitudinal  $0^\circ$  en  $\Phi$ , pero disminuyeron en sentido transversal  $90^\circ$  en  $\Phi$ , con promedios de -1.423,16MPa y -743,22MPa respectivamente, mostrando evidencia que el microgranallado genera cambios en la superficie del material. El Grupo “A”, presentó valores de tensión en sentido longitudinal (2482,12MPa en  $0^\circ \Phi$ ) y disminuyó significativamente los de compresión en sentido transversal (-1266,46MPa en  $90^\circ \Phi$ ) con relación a los controles, mientras que en el grupo “A+”, se presentaron valores positivos, lo que indica esfuerzos de tipo tensión en la superficie de la muestra en ambos sentidos aún más altas que en el grupo de microarenado solo, con 1.504,5MPa en  $0^\circ$  de  $\Phi$  y 2684,32MPa en  $90^\circ$  de  $\Phi$ . (Ver Tabla 2 y Tabla 3).

### Análisis de rugosidad mediante Microscopía Confocal (CLSM)

En CLSM para el grupo de controles es posible apreciar las marcas dejadas por la sierra de precisión al fabricar las probetas, con una rugosidad de  $Sa$ : 0.932,

Sz: 5.035 (Ver Figura 3) mientras que en los demás grupos se aprecian las características típicas de los procesos realizados: En el grupo “F” se ven las marcas dejadas por el proceso de fresado (Ver Figura 4a), las cuales están suavizadas en el grupo “F+” al cual se le realizó microgranallado después del fresado (Ver Figura 4b). Así mismo el patrón característico de rugosidad de microarenado apreciado en el grupo “A” (Ver Figura 5a) es diferente al grupo “A+” (Ver Figura 5b) por el microgranallado.

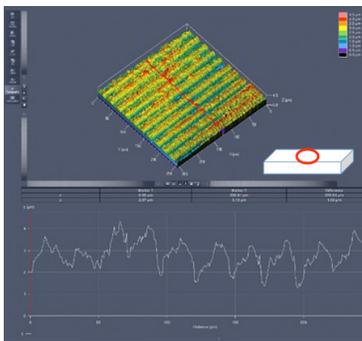


FIGURA 3. Muestra del grupo control, análisis CMSL.

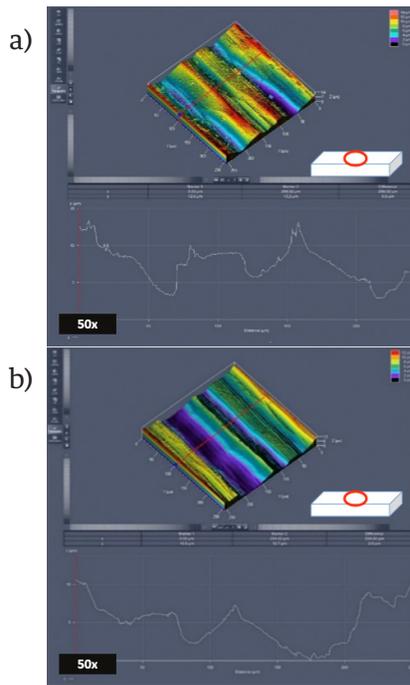


FIGURA 4. a) Muestra del grupo “F” y b) Muestra del grupo “F+”, análisis CMSL.

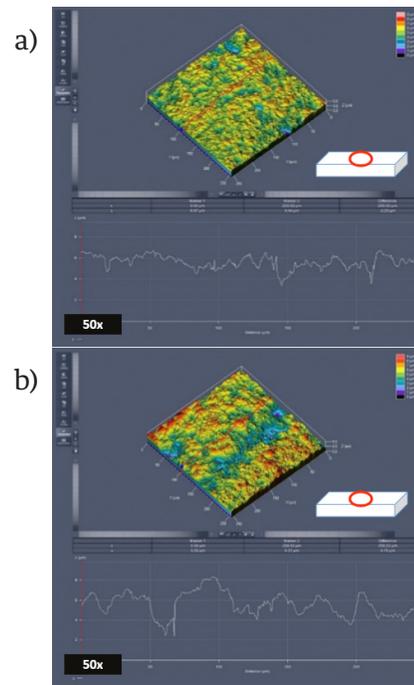


FIGURA 5. a) Muestra del grupo “A” y b) Muestra del grupo “A+”, análisis CMSL.

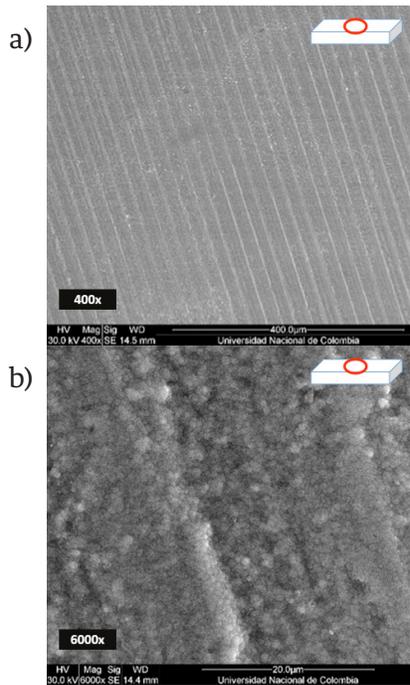
Los resultados para todos los grupos de la rugosidad superficial se muestran en la tabla 4

TABLA 4. Media de la rugosidad Sa y Sz para cada uno de los grupos mediante CLSM.



### Análisis SEM de la superficie

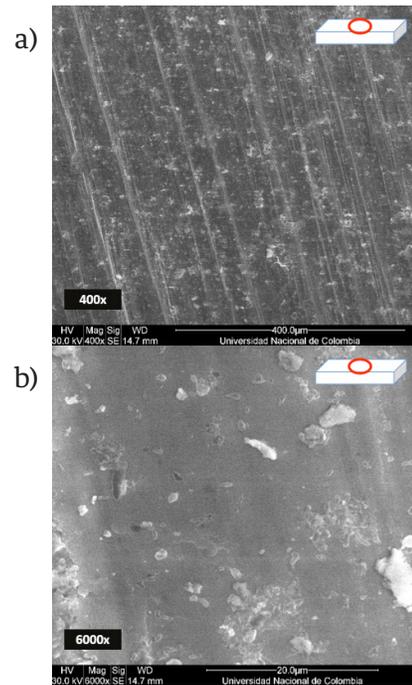
En las imágenes de SEM en el grupo de controles, a 400x se pueden observar las marcas dejadas por la sierra de precisión al momento de elaborar las probetas (Figura 6a). A 6000x se aprecia la presencia, distribución y tamaño de los granos descritos en la literatura [10,16,20,27,29,35].



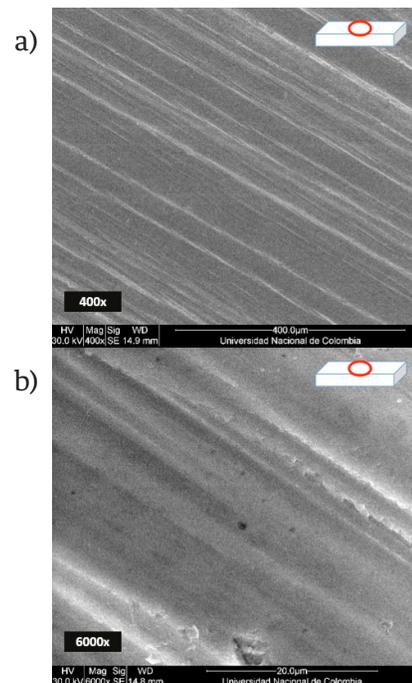
**FIGURA 6.** Micrografías de dos muestras del grupo control en su superficie a 400 y 6000x en a) y b).

Los granos, presentaron un promedio de medida de entre 0,6 a 0,8  $\mu\text{m}$  aproximadamente (Ver Figura 6b).

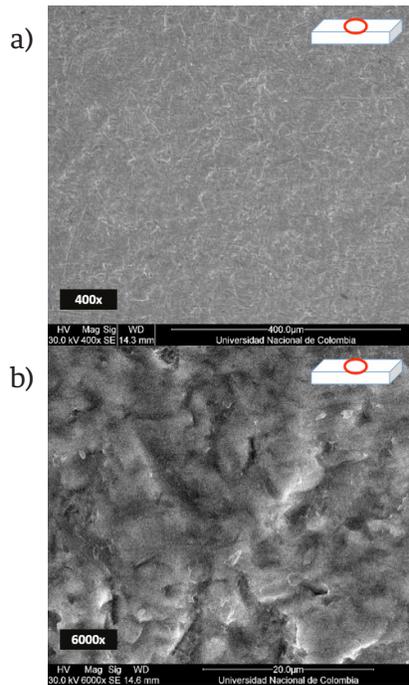
En el grupo “F” no es posible apreciar los granos observados en los controles. Las deformaciones plásticas se distinguen por un desvanecimiento de las microestructuras cristalinas características en la superficie del material, por una superficie continua [31,32] (Ver Figura 7a y Figura 7b). En el grupo “F+”, se aprecian las marcas dejadas por el mecanizado evidentemente suavizadas y sin detritos con respecto al grupo “F” (Ver Figura 8a y Figura 8b).



**FIGURA 7.** Micrografías de una muestra del grupo “F” en su superficie 400 y 6000x, en a) y b) respectivamente.



**FIGURA 8.** Micrografías de una muestra del grupo “F+” en su superficie a 400 y 6000x, en a) y b) respectivamente.



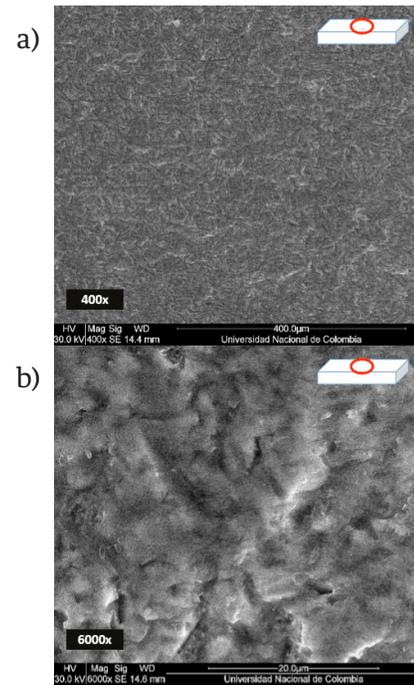
**FIGURA 9.** Micrografías de una muestra del grupo “A” en su superficie a 400 y 6000x, en a) y b) respectivamente.

En el grupo “A” a 400x es evidente el tipo de rugosidad con patrón característico del proceso de abrasión en las cerámicas [5-10] y no es posible apreciar ningún tipo de agrietamiento en la superficie (Ver Figura 9a).

A 6000x, es posible evidenciar que no hay presencia de granos, tampoco detritos o impurezas (Ver Figura 9b).

El grupo “A+” presenta una rugosidad en la superficie levemente mayor como se evidenció en el análisis CLSM. Esto es posible atribuirlo al tipo de partícula en los procesos (Ver Figura 10a y Figura 10b).

En el grupo “A” se utilizó particulado de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de  $50\ \mu\text{m}$ , mientras que en el grupo “A+” se realizó microgranallado con perlas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de  $45\ \mu\text{m}$  de diámetro después del proceso de microarenado (Ver Figura 11a y Figura 11b). Igualmente, incluso a mayores aumentos no es posible apreciar ningún tipo de grano como en los controles, lo cual indica una deformación plástica en la superficie.



**FIGURA 10.** Micrografías de una muestra del grupo “A+” en su superficie a 400 y 6000x, en a) y b) respectivamente.

Para comprobar las dimensiones y forma de las partículas utilizadas para el microarenado y el microgranallado, se verificaron mediante SEM antes de realizar los experimentos. Ver Figura 11a y Figura 11b.

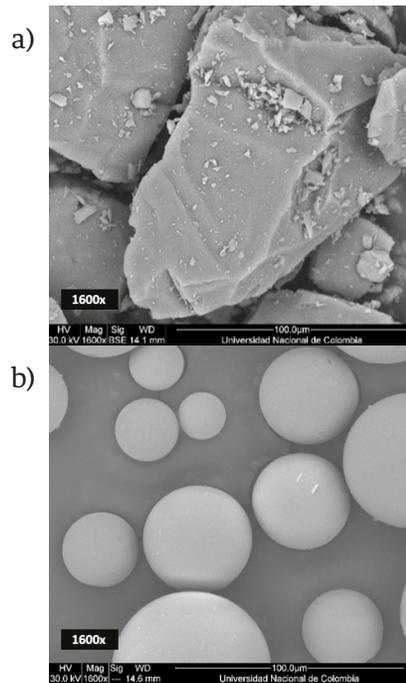


FIGURA 11. Micrografías a 1600x de las partículas para microarenado en a) y perlas para el microgranallado b).

### Análisis SEM en el borde de la fractura

Al analizar las muestras una vez falladas en el borde de la fractura es posible apreciar el espesor de la capa de afectación en los grupos con tratamiento mecánico, siendo los de microgranallado los que presentan mayor profundidad. El grupo que presenta menor profundidad de la capa deformada es el de fresado solo, mien-

tras que el grupo control no presenta deformación a nivel superficial. (Ver Figura 12).

En rojo marcado el límite aparente de la capa de deformación en profundidad. En el control no hay frentes de deformación.

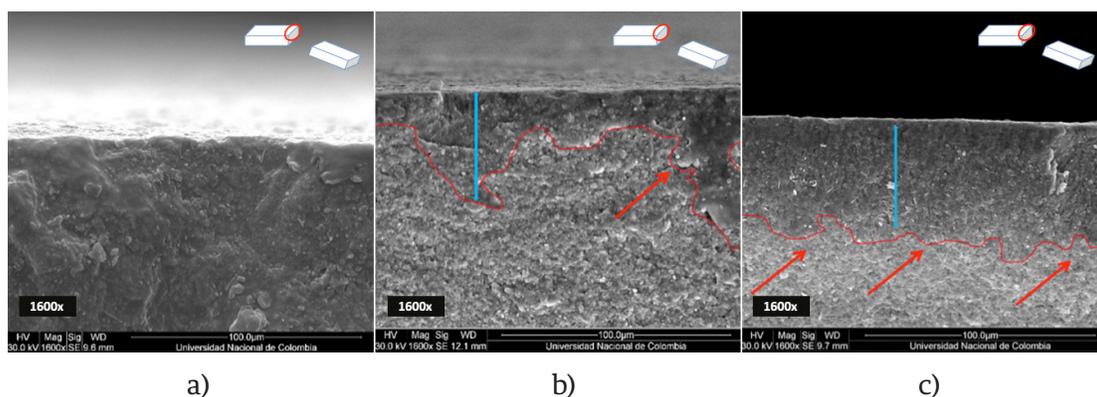
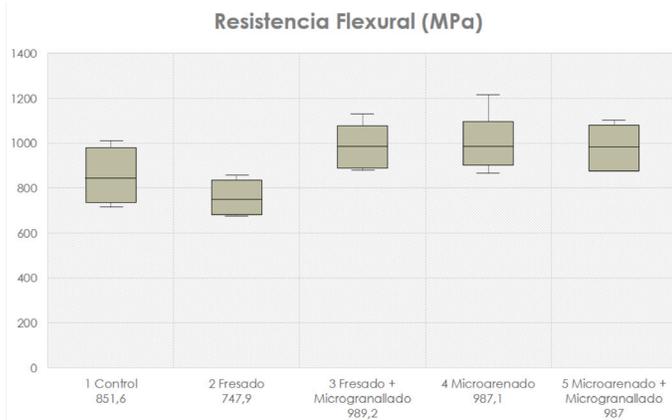


FIGURA 12. Micrografías a 1600x en el borde de la fractura a) Control, b) fresado y c) microgranallado.

## Ensayo de resistencia flexural

Los valores de resistencia flexural se resumen en la Tabla 5.

**TABLA 5. Media de los valores de resistencia flexural.**



Los grupos que mejor comportamiento presentaron fueron los de microarenado (Grupo “A” - Media 989,2 MPa) y a los que se le aplicó el microgranallado (Grupos “F+” - Media 987,1 MPa y “A+” - Media 987 MPa).

## Análisis estadístico

Para el análisis estadístico, se desarrollaron 2 modelos lineales mixtos. El primer modelo probó el efecto de los tratamientos respecto al control tomando las respuestas MPa (resistencia en megapascales);  $\Phi_0$  (medida de tensión o compresión en sentido longitudinal), y  $\Phi_{90}$  (medida de tensión o compresión en sentido transversal). Se halló evidencia estadística para mostrar que, luego de aplicar alguno de los tipos de tratamiento mecánicos sobre la probeta, se afecta la resistencia del material ( $p=0.0082$ ), así como los esfuerzos residuales tanto en sentido longitudinal ( $\Phi_0$ ) ( $p=0.0000008$ ), y en sentido transversal ( $\Phi_{90}$ ) ( $p=0.000000107$ ). El segundo modelo determinó la relación entre variables de resistencia flexural (MPa) contra las variables de esfuerzo residual ( $\Phi_0^\circ$  y  $\Phi_{90}^\circ$ ). MPa vs  $\Phi_0$  ( $p=0,17538354$ ) y MPa vs  $\Phi_{90}$  ( $p=0,07519653$ ). No se halló relación entre los cambios de resistencia flexural y los esfuerzos residuales medidos.

## DISCUSIÓN

Los tratamientos realizados mostraron ser un factor que influye sobre la resistencia flexural. Los valores de resistencia flexural disminuyeron en el grupo de fresado, mientras que en los grupos de fresado más microgranallado, microarenado y microarenado más microgranallado aumentaron.

El proceso de atacar la superficie por partículas o perlas mediante aire a presión muestran una mejora en la resistencia flexural del material mientras que los cortes por fresa diamantada disminuyen los valores de resistencia flexural como ha sido previamente reportado en la literatura [7-9, 11-13 y 15].

Los resultados del análisis SEM mostraron la superficie de los controles con granos evidentes y una estructura intacta. Los grupos con tratamiento mecánico superficial presentaron características diferentes ya que en ninguno de los casos se pudo encontrar evidencia de granos a nivel superficial.

En los grupos de fresado y fresado más microgranallado, se aprecian las marcas dejadas por el paso del instrumento de corte diamantado, correspondiendo con la cinemática del proceso y la geometría de partícula de la fresa.

A través de microscopía confocal es posible apreciar una disminución en los valores de rugosidad  $S_a$  y  $S_z$  en el grupo de fresado más microgranallado en comparación con el de fresado. El microgranallado tiene un efecto de suavizar las marcas dejadas por la herramienta de corte de fresado.

De acuerdo con la literatura revisada [7-9, 11-13 y 15], el fresado en la zirconia Y-TZP puede generar microgrietas con una profundidad de hasta 14  $\mu\text{m}$  y una disminución de la resistencia flexural. En las observaciones SEM no se evidenciaron microgrietas, pero si fue evidente la disminución en la resistencia flexural ( $p=0.0082$ ).

En general, al mecanizar un material, si la herramienta tiene bordes con filos agudos realizará un corte más limpio generando menor afectación plástica superficial y por tanto pocos esfuerzos residuales en la superficie [40, 43-45]. La no presencia de microgrietas puede deberse a que el fresado se realizó en condiciones controladas i.e. con una carga experimental que nunca supero 0,5884 N de fuerza ejercida, una velocidad de corte controlada con adecuada irrigación e instrumentos de corte nuevos.

En los grupos de microarenado solo y microarenado más microgranallado, a través de SEM se aprecian los patrones característicos de microtextura reportados en la literatura correspondientes a estos procesos [3-11, 13]. Los valores de rugosidad  $S_a$  y  $S_z$  en el grupo de microarenado más microgranallado se ven levemente aumentados respecto del grupo de microarenado.

En el proceso de microarenado se utilizaron partículas de 50  $\mu\text{m}$  mientras que en el proceso de microgranallado perlas de no más de 40  $\mu\text{m}$ , lo cual puede aumentar la rugosidad superficial del material cuando ya ha sido previamente tratado con microarenado. No obstante, la resistencia flexural aumentó en ambos grupos respecto de los controles y el grupo de fresado, siendo en microarenado más microgranallado el que tuvo los valores más altos en resistencia flexural.

Mediante difracción de rayos X fue posible establecer diferencias en los valores de esfuerzos residuales respecto del grupo control  $0^\circ \text{Phi}$  ( $p=0.0000008$ ) y  $90^\circ \text{Phi}$  ( $p=0.000000107$ ). El grupo que mayor diferencia tuvo respecto a los controles fue el de microarenado más microgranallado mostrando valores de compresión tanto en sentido longitudinal como transversal.

Al realizar las comparaciones estadísticas entre los valores de esfuerzos residuales medidos con los de resistencia flexural, no se pudo establecer una relación directa o inversa de las variables.

De acuerdo con la literatura revisada, los tratamientos mecánicos de superficie, dependiendo de su intensidad, dirección y tipo pueden generar una capa de deformación plástica amorfa, carente de granos, que tiene propiedades mecánicas diferentes al resto del volumen del material también conocida como “*white layer*” [36-38]. Dependiendo del espesor de la capa deformada plásticamente pueden cambiar las propiedades mecánicas del material a nivel macro.

El espesor de la capa de afectación depende del tipo y la dirección del tratamiento mecánico, siendo los tratamientos por impacto los que generan mayor espesor.

Los espesores de la capa de afectación en fresado y microarenado o microgranallado son diferentes y por tanto su influencia en la resistencia flexural del resto del material también lo es.

Otros estudios declaran que el Y-TZP es metaestable, y por esta razón es difícil hacer mediciones tanto a lo largo del tiempo, como de los cambios de fase del material a profundidad, y que estos cambios pueden alterar las propiedades mecánicas del mismo [39, 40].

Artículos más recientes, declaran la existencia de una capa de deformación plástica superficial dependiente del tipo de mecanizado realizado. Kim y Covell en 2010 [39] demostraron que se genera una capa de deformación plástica por corte en el Y-TZP al ser sometido a fresado superficial, la cual es menos profunda que la capa de deformación generada por arenado, comprobando los hallazgos de la presente investigación.

Aurelio, Marchionatti y Montagner en 2016 [41], y Meireles, bastos y Othavio en 2017 [42] aseguran que existe una capa de mayor compresión posterior al arenado por deformación plástica por impacto de alta energía, la cual puede aumentar la resistencia flexural en el Y-TZP, y este efecto se mantiene incluso después de hacer envejecimiento acelerado artificial en el material.

Pfeiffer y Frey en 2006 [43], declaran que anteriormente se pensaba que los materiales frágiles como las cerámicas no podían presentar deformaciones plásticas, pero que estudios recientes demuestran lo contrario. De hecho, en su investigación analizaron el comportamiento de dos cerámicas ante el granallado superficial similar a lo realizado en la presente investigación, con resultados muy parecidos. Encontraron que el aumento de las propiedades mecánicas de los materiales cerámicos posterior al microgranallado con perlas era altamente significativo, y lo atribuyeron a la generación de una capa de deformación superficial de alta compresión y de profundidad variable, que incluso es capaz de contrarrestar los daños producidos por otros mecanizados previos como el fresado.

El tratamiento mecánico por fresa, se realizó longitudinalmente, dando como resultado un desbastado que genera una capa con espesor de pocas micras de profundidad y, como se evidenció en las observaciones por SEM en el borde de las superficies fracturadas, en algunos casos no exceden 10  $\mu\text{m}$  de profundidad.

En los procesos de microarenado solo y microarenado más microgranallado, la dirección del impacto es normal a la superficie, lo que genera un frente de afectación por impacto a espesores mayores que los generados por la herramienta de corte, lo cual produce una mayor influencia de ésta sobre la resistencia flexural del material. Las mediciones realizadas en el segundo análisis SEM en el borde de la fractura en las probetas muestra una capa de deformación plástica amorfa más homogénea y de al menos 50  $\mu\text{m}$  de espesor.

Como resultado, el fresado tiene efectos negativos en la zirconia Y-TZP al descender su resistencia flexural. La capa de afectación generada por el corte no tiene el espesor suficiente para influir sobre la resistencia flexural del material. Cuando la zirconia Y-TZP fresada, es sometida a microgranallado experimental se genera una capa de afectación con suficiente espesor

que es capaz de aumentar la resistencia flexural del material, lo que resulta en una influencia positiva para recuperar la resistencia disminuida por el fresado.

Igualmente, el microarenado solo y el microarenado más microgranallado generaron una capa de afectación con espesor suficiente para mejorar la resistencia flexural, siendo la combinación microarenado más microgranallado la que mayor resistencia flexural generó.

La técnica de difracción por rayos X, con los instrumentos utilizados tiene un poder de penetración del haz de no más de 40  $\mu\text{m}$  en la zirconia Y-TZP. Por sí misma, la técnica de difracción para medición de esfuerzos residuales genera un valor promedio de los componentes de tensión-compresión de los granos en una profundidad limitada a su poder de penetración y los parámetros involucrados: la densidad del material, el coeficiente de atenuación y el coeficiente de empaquetamiento atómico propios de la zirconia Y-TZP en este caso. Por tanto, la señal recibida de la difracción corresponde tanto a la capa de afectación como a los granos que se encuentran debajo de ella y que están dentro del rango de penetración del haz de rayos X.

Por ello, las mediciones obtenidas por DRX no se relacionan con los valores de resistencia flexural, pues no son un valor que describa el perfil de esfuerzos residuales en profundidad y por tanto del material completo. Para generar un perfil de esfuerzos de manera adecuada se requiere realizar numerosas mediciones en la cara fracturada del material desde la superficie hacia la profundidad, lo cual podría ser un tema de interés para estudios posteriores.

## CONCLUSIONES

Con los resultados de los experimentos realizados en el presente estudio, se puede recomendar un método que permite mejorar la resistencia flexural de la zirconia Y-TZP, a través de la generación de una capa de deformación plástica amorfa en su superficie.

Asimismo, el proceso demostró recuperar los valores de resistencia flexural disminuidos por el fresado.

Se recomienda el microgranallado con perlas de 40  $\mu\text{m}$  de diámetro de Óxido de Aluminio, a una presión

de 4,5 *bar* y a una distancia de 10 *mm* por un tiempo de 20 s, para generar una capa de deformación plástica en la superficie y de esa manera incrementar la resistencia flexural del material, incluso después de haber sido microarenado o fresado.

## REFERENCIAS

- [1] Jones DW. Development of dental ceramics. An historical perspective. *Dent Clin North Am*, 1985; 29(4):621-44.
- [2] Luthardt, R. G., M. S. Holzhter, H. Rudolph, V. Herold, and M. H. Walter. CAD/CAM-Machining Effects on YTZP Zirconia. *Dent Mater*, 2004; 20(7):655-62.
- [3] Iseri U, Ozkurt Z, Yalniz A, Kazazoglu E. Comparison of different grinding procedures on the flexural strength of zirconia. *J Prosthet Dent* 2012; 107(5):309-315.
- [4] Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. *Dent Mater* 1999; 15(6):426-433.
- [5] Guess PC, Zhang Y, Kim JW, Rekow ED, Thompson VP. Damage and reliability of Y-TZP after cementation surface treatment. *J Dent Res* 2010; 89(6):592-596.
- [6] Elsaka SE. Effect of surface treatments on the bonding strength of self-adhesive resin cements to zirconia ceramics. *Quintessence Int* 2013; 44(6):170-180.
- [7] Scherrer SS, Cattani-Lorente M, Vittecoq E, de Mestral F, Griggs JA, Wiskott HW. Fatigue behavior in water of Y-TZP zirconia ceramics after abrasion with 30 μm silica-coated alumina particles. *Dent Mater* 2011; 27(2):e28-42.
- [8] Bhargava S, Doi H, Kondo R, Aoki H, Hanawa T, Kasugai S. Effect of sandblasting on the mechanical properties of Y-TZP zirconia. *Biomed Mater Eng* 2012; 22(6):383-398.
- [9] Stawarczyk B, Ozcan M, Hallmann L, Roos M, Trottmann A, Hammerle CH. Impact of air-abrasion on fracture load and failure type of veneered anterior Y-TZP crowns before and after chewing simulation. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2012; 100(6):1683-1690.
- [10] Turp V, Sen D, Tuncelli B, Goller G, Ozcan M. Evaluation of air-particle abrasion of Y-TZP with different particles using microstructural analysis. *Aust Dent J* 2013; 58(2):183-91.
- [11] Luthardt RG, Holzhter M, Sandkuhl O, Herold V, Schnapp JD, Kuhlisch E, et al. Reliability and properties of ground Y-TZP-zirconia ceramics. *J Dent Res* 2002; 81(7):487-491.
- [12] Wolfart M, Lehmann F, Wolfart S, Kern M. Durability of the resin bond strength to zirconia ceramic after using different surface conditioning methods. *Dent Mater* 2007; 23(1):45-50.
- [13] Elsaka SE. Influence of surface treatments on the surface properties of different zirconia cores and adhesion of zirconia-veneering ceramic systems. *Dent Mater* 2013; 29(10):239-251.
- [14] Curtis AR, Wright AJ, Fleming GJ. The influence of surface modification techniques on the performance of a YTZP dental ceramic. *J Dent* 2006; 34(3):195-206.
- [15] Traini T, Gherlone E, Parabita SF, Caputi S, Piattelli A. Fracture toughness and hardness of a Y-TZP dental ceramic after mechanical surface treatments. *Clin Oral Investig* 2013; 18(3):707-714.
- [16] Grigore A, Spallek S, Petschelt A, Butz B, Spiecker E, Lohbauer U. Microstructure of veneered zirconia after surface treatments: A TEM study. *Dent Mater* 2013; 29(11):1098-1107.
- [17] Coelho PG, Bonfante EA, Silva NR, Rekow ED, Thompson VP. Laboratory simulation of Y-TZP all-ceramic crown clinical failures. *J Dent Res* 2009; 88(4):382-6.
- [18] Buso L, Oliveira-Junior OB, Hiroshi Fujii F, Leao Lombardo GH, Ramalho Sarmiento H, Campos F, et al. Biaxial flexural strength of CAD/CAM ceramics. *Minerva Stomatol* 2011; 60(6):311-319.
- [19] Bindl A, Luthy H, Mormann WH. Thin-wall ceramic CAD/CAM crown copings: strength and fracture pattern. *J Oral Rehabil* 2006; 33(7):520-528.
- [20] Jawahir I. S, Brinksmeier E, Sauobi R. M. Surface integrity in material removal processes: Recent advances. *CIRP Annals - Manufacturing technology* 2011; 60:603-626.
- [21] Griggs JA, Alaqeel SM, Zhang Y, Miller AW 3r, Cai Z. Effects of stress rate and calculation method on subcritical crack growth parameters deduced from constant stress-rate flexural testing. *Dent Mater* 2011; 27(4):364-70.
- [22] Mochales C, Maerten A, Rack A, Cloetens P, Mueller WD, Zaslansky P, et al. Monoclinic phase transformations of zirconia-based dental prostheses, induced by clinically practised surface manipulations. *Acta Biomater* 2011; 7(7):2994-3002.
- [23] Kim B-K, Hahn J-W, Han K. Quantitative phase analysis in tetragonal-rich tetragonal/monoclinic two phase zirconia by Raman spectroscopy. *Journal of Materials Science Letters Journal of Materials Science Letters* 1997; 16(8):669-671.
- [24] Kawai Y, Uo M, Wang Y, Kono S, Ohnuki S, Watari F. "Phase transformation of zirconia ceramics by hydrothermal degradation". *Dent Mater J* vol. 30, no. 3, pp. 286-292, 2011.
- [25] Kypraiou V, Pelekanos S, Eliades G. Identification of monoclinic phase in CAD/CAM zirconia FPD frameworks. *Eur J Esthet Dent* 2012; 7(4):418-429.
- [26] Sato H, Yamada Y, Pezzotii G, Nawa M, Ban S. Mechanical Properties of Dental Zirconia Ceramics Changed with Sandblasting and Heat Treatment. *Dental Materials Journal* 2008; 27(3):408-414.
- [27] Acevedo A, Castañeda H, Milanes I. Comparación al MEB de diferentes tratamientos térmicos de Y.TZP rectificadas con fresas de diamante post-sinterización. Tesis de posgrado, Fundación centro de Investigación y estudios odontológicos CIEO. Bogotá, Colombia 2012.
- [28] Guazzato M, Walton TR, Franklin W, Davis G, Bohl C, Klineberg I. Influence of thickness and cooling rate on development of spontaneous cracks in porcelain/zirconia structures. *Aust Dent J* 2010; 55(3):306-310.
- [29] Nakamura K, Adolfsson E, Milleding P, Kanno T, Ortengren U. Influence of grain size and veneer firing process on the flexural strength of zirconia ceramics. *Eur J Oral Sci* 2012; 120(3):249-254.
- [30] Yilmaz H, Nemli SK, Aydin C, Bal BT, Tiras T. Effect of fatigue on biaxial flexural strength of bilayered porcelain/zirconia (Y-TZP) dental ceramics. *Dent Mater* 2011; 27(8):786-95.
- [31] Coble R. L. Sintering Crystalline Solids. I. Intermediate and final state diffusion models. *Journal of applied physics* 1961; 32(5):787-792.
- [32] Hsueh C.H, Evans A. G, Coble R. L. Microstructure development during final/intermediate stage sintering - I. Pore/grain boundary separation. *Acta metal* 1982; 30:1269-1279.
- [33] ISO 6872:2008 "Dentistry. Ceramic materials" NTC 4488

- [34] Yashima, Masatomo, Tsunekawa, Shin, *Acta Crystallographica, Section B*, 61, 161 - 164 (2006)
- [35] Tholey M. The sustem Y-TZP and its porcelain. Thesis for PHD, Universidad de Otago, Dunedin, New Zealand. Septiembre de 2011.
- [36] Prevéy Paul S. The use of pearson VII distribution functions in X-Ray diffracton residua stress measurement. *Advances in X-Ray analysis* 1986; 29(1):103-111.
- [37] Martín Ermrich DO. *XRD for the Analyst*. 2 ed: PANalytical, 2013.
- [38] Harold P. Kulg, Leroy E. Alexander. *X-Ray diffracton procedures: For polycrystalline and amorphous*. Wiley-Interscience, Richmond TX, USA 1974.
- [39] Kim J, Covel N, Guess P, Et al. Concerns of Hydrothermal Degradation in CAD/CAM Zirconia. *Jounal of Dental Research* 2010; 89:91-95.
- [40] Thomas J. Lucas. Analysis of tetragonal to monoclinic phase transformation caused by accelerated artificial aging and the effects of microstructure in stabilized zirconia. Thesis for PHD, Universidad de Alabama, Birmingham - Alabama, USA. 2015
- [41] Aurelio I, Marchionatti A, Montagner A. Does air particle abrasion affect the flexural strength and phase transformation of Y-TZP? A systematic review and meta-analysis. *Dental Materials* 2016; 32:827-845.
- [42] Meireles L, Bastos R., Othavio R, Et al. Effect of intra-oral aging on t-m phase transformation, microstructure, and mechanical properties of Y-TZP dental ceramics. *Journal of the Mechanical Behaviour of Biomedical Materials* 2017; 72:14-21.
- [43] Pfeiffer W., Frey T., Strengthening of ceramic by shot peening. *Journal of the European Ceramic Society* 2006; 26:2639-2645.