

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE CHIHUAHUA

FACULTAD DE ODONTOLOGÍA

SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO



**CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS DE ZIRCONIA ALÚMINA
PREPARADAS POR SECADO SUBCRÍTICO CON CO₂**

POR:

C.D. PERLA ROCÍO RUÍZ CHÁVEZ

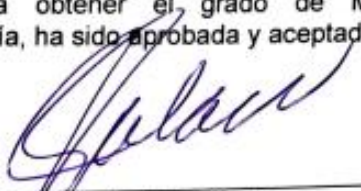
**TESIS PRESENTADA COMO REQUISITO PARA OBTENER EL GRADO DE
MAESTRA EN ESTOMATOLOGÍA OPCIÓN ORTODONCIA**


CHIHUAHUA, CHIH., MÉXICO

NOVIEMBRE DE 2023




Caracterización de partículas de zirconia alúmina preparadas por secado subcrítico con CO₂ Tesis presentada por Perla Rocio Ruíz Chávez como requisito parcial para obtener el grado de Maestro/a en Estomatología, ha sido aprobada y aceptada por:


M.E.S. Juan Antonio Galache Vega
Director de la Facultad de Odontología


C. D. E. O. Rosa Margarita Aguilar Madrigal
Secretario de Investigación y Posgrado


Dr. en Ciencia de Materiales, Humberto Alejandro
Monreal Romero
Director de Tesis


Dr. En Estomatología, Alfredo Nevárez Rascón
Asesor de Tesis

Noviembre del 2023
Fecha

AGRADECIMIENTOS

Son muchas las personas involucradas detrás de este logro. Agradezco primeramente a CONACYT por el apoyo económico brindado durante realización de mis estudios de maestría en el periodo 2021-2023.

Así mismo agradezco a la Universidad Autónoma de Chihuahua que me abrió las puertas para mi estudio desde licenciatura, en especial a mis docentes quienes me guiaron paso a paso hasta el día de concluir mi formación.

Agradezco a mis padres, hermanos, amigos y mi pareja que me apoyaron a lo largo de mis estudios y me impulsaron a lo largo del camino.

A mis compañeros que se convirtieron en mi familia y que fueron pieza importante para culminar mis estudios.

DEDICATORIA

El siguiente trabajo de tesis se la dedico a mis padres quienes con su sacrificio y esfuerzo me ayudaron a ser parte de esta hermosa profesión, también a todas las personas que me apoyaron durante mi estudio, incluidos los pacientes que confiaron en mí e hicieron que esto fuera posible. Gracias por su ayuda.

Perla

RESUMEN

CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS DE ZIRCONIA ALÚMINA

PREPARADAS POR SECADO SUBCRÍTICO CON CO₂

POR:

PERLA ROCÍO RUÍZ CHÁVEZ

Maestría en Estomatología

Secretaria de Investigación y Posgrado

Facultad de Odontología

Universidad Autónoma de Chihuahua

Director de Tesis: Doctor en Ciencia de Materiales, Humberto Alejandro

Monreal Romero

Algunos aditamentos ortodónticos confeccionados a base de cerámicos manifiestan problemas clínicos como la fractura o el desgaste por lo cual resulta conveniente conocer los puntos débiles a través del análisis de sus propiedades mecánicas, siendo esta la justificación que nos conlleva a identificar si en el proceso de síntesis se logra optimizar a los cerámicos, surge a manera de pregunta de investigación si las muestras cerámicas de zirconia alúmina admiten ser procesadas por una síntesis diferente para la confección de brackets estéticos, generándose así un objetivo que considera la caracterización de las propiedades mecánicas de dos cerámicos experimentales, uno sintetizado convencionalmente respecto de otro sintetizado bajo el proceso de secado

subcrítico con CO₂., se prepararon por tanto dos grupos de cerámicos un grupo A sintetizado por secado subcrítico con CO₂ y un grupo B sintetizado por método convencional de secado al medio ambiente, los resultados obtenidos muestran que el cerámico A manifestó valores más altos de tenacidad a la fractura debido a un mezclado más homogéneo de polvos, por su parte el cerámico B manifestó ser más denso y su microdureza fue más alta. Todo lo anterior comprobó la hipótesis de investigación que afirmaba la diferencia entre ambos. La novedad del presente trabajo fundamenta la idea de que la variación en los procesos de síntesis puede optimizar las propiedades de los cerámicos debido a su mezclado homogéneo, para la confección de brackets cerámicos más resistentes.

ABSTRACT

CHARACTERIZATION OF ZIRCONIA ALUMINA PARTICLES PREPARED BY SUBCRITICAL DRYING WITH CO₂

BY:

C.D. PERLA ROCÍO RUÍZ CHÁVEZ

Some orthodontic attachments made from ceramics show clinical problems such as fracture or wear, which is why it is convenient to know the weak points through the analysis of their mechanical properties, this being the justification that leads us to identify if in the synthesis process It is possible to optimize the ceramics, as a research question arises whether the zirconia alumina ceramic samples can be processed by a different synthesis for the manufacture of aesthetic brackets, thus generating an objective that considers the characterization of the mechanical properties of two ceramics, one synthesized conventionally with respect to another synthesized under the subcritical drying process with CO₂., therefore two groups of ceramics were prepared: group A synthesized by subcritical drying with CO₂ and group B synthesized by conventional drying method in the medium. environment, the results obtained show that ceramic A showed higher values of fracture toughness due to a more homogeneous mixing of powders, for its part, ceramic B showed to be denser and its microhardness was higher. All of the above confirmed the research hypothesis that affirmed the difference between the two. The novelty of the present work supports the idea that the variation in the synthesis processes can optimize the properties of ceramics due to their homogeneous mixture, for the manufacture of more resistant ceramic brackets.

CONTENIDO

AGRADECIMIENTOS.....	ii
DEDICATORIA	iv
RESUMEN.....	v
ABSTRACT	vii
CONTENIDO.....	viii
LISTA DE CUADROS.....	x
LISTA DE GRÁFICAS	1
LISTA DE FIGURAS.....	2
LISTA DE ABREVIACIONES.....	3
INTRODUCCIÓN.....	4
REVISION DE LA LITERATURA	6
Tipos de aparatología en ortodoncia.....	6
Brackets metálicos convencionales	6
Brackets estéticos.....	8
Ortodoncia lingual.....	9
Alineadores.....	10
Miniimplantes.....	11
Sonrisa digital	11
Cerámicos de zirconia alúmina.....	12
Propiedades de la zirconia alúmina	13
Aplicaciones de la zirconia alúmina	14
Brackets cerámicos	14
Tipos de brackets cerámicos que existen en el mercado.....	15
Características y propiedades mecánicas de los brackets cerámicos.....	16
Clasificaciones de los brackets cerámicos	19
Modos de preparación de los brackets cerámicos	20
Propiedades mecánicas de los cerámicos	22
MATERIALES Y MÉTODOS.....	27
Tipo de estudio.....	27
Diseño de estudio.....	27
Población de estudio o muestra.....	27
Lugar de realización	27

Criterios de selección	27
Operación de las variables:	28
Materiales.....	28
Métodos	28
Síntesis de materiales	28
RESULTADOS	33
Imágenes obtenidas por el estereomicroscopio	33
Imágenes obtenidas por el microscopio electrónico de barrido.....	35
Reporte de resultados de microdureza y tenacidad a la fractura de 2 cerámicos:	40
Análisis estadístico	44
DISCUSION.....	48
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	52
LITERATURA CITADA	53
ANEXO 1	61

LISTA DE CUADROS

Cuadro		Página
1	Promedios de microdureza y tenacidad a la fractura de los dos cerámicos.....	40
2	Conglomerado de valores para la determinación de la tenacidad a la fractura de ambos cerámicos.....	41
3	Base de datos de los valores de microdureza	42
4	Media de microdureza de la muestra	45
5	Media de tenacidad de la muestra.....	47

LISTA DE GRÁFICAS

Gráfica		Página
1	Control de análisis de partículas.....	37
2	Análisis de correlación lineal de variables.....	39

LISTA DE FIGURAS

Figura		Página
1	Proceso de indentación de una muestra de material.....	24
2	Materiales utilizados y pesaje de las muestras.....	32
3	Sinterizado de las muestras.....	32
4	Ambos grupos de muestras cerámicas.....	32
5	Muestra de zirconia alúmina por secado subcrítico con CO2 vista en el estereomicroscopio.....	34
6	Cerámicos analizados magnificación a 35x en el estereomicroscopio.....	34
7	Micrografía SEM de una muestra a escala de 100 μm	36

LISTA DE ABREVIACIONES

Concepto	Término
ZTA	Zirconia enriquecida con alúmina
ATZ3Y20A1h	Muestras cerámicas sintetizadas por secado subcrítico con CO ₂
B3Z3Y20A1h	Muestras cerámicas sintetizadas por proceso convencional de secado al medio ambiente
SEM	(Scanning Electron Microscope) Microscopio electrónico de barrido

INTRODUCCIÓN

La ortodoncia es una rama importante de la odontología, ha experimentado una evolución constante con el pasar de los años, razón que conlleva a la necesidad de un enfoque ya no solo de la corrección de problemas funcionales y de salud bucal, sino también en la búsqueda de alternativas estéticas que satisfagan las demandas de pacientes cada vez más conscientes de la importancia de una sonrisa armoniosa con tratamientos menos perceptibles visualmente (Maizeray et al, 2021). La estética dental y facial tiene un rol muy importante en la apreciación o lo que percibimos como belleza y por ende en la autoestima de las personas, y en este sentido, la ortodoncia moderna ha asumido un papel esencial al ofrecer opciones que van más allá de la mera corrección funcional (Ke et al, 2019). Hoy en día, se cuenta con diversos sistemas para corregir las maloclusiones y lograr la alineación dental, desde la evolución de los brackets tradicionales que son personalizados a la forma y tamaño del diente (brackets insignia)(Jurela et al, 2019) hasta el auge de tratamientos novedosos como la ortodoncia invisible donde ya no se requiere el uso de aparatología fija(Vartolomei et al, 2022) y la ortodoncia lingual(Tamer et al, 2019), se ha producido un sistema diverso en la manera en que los profesionales abordan la ortodoncia estética(Batista et al, 2020). Como planteamiento de problema se puede mencionar que algunos aditamentos ortodónticos confeccionados a base de cerámicos manifiestan problemas clínicos como la fractura o el desgaste por lo cual resulta conveniente conocer los puntos débiles a través del análisis de sus propiedades mecánicas, siendo esta la justificación que nos conlleva a identificar si en el proceso de síntesis se logra optimizar a los cerámicos.

Por todo lo anterior, surge a manera de hipótesis la afirmación de que las muestras cerámicas de zirconia alúmina procesadas por una síntesis de secado subcrítico pueden modificar las propiedades mecánicas de los cerámicos potencialmente útiles para la confección de brackets estéticos, generándose así un objetivo de investigación que considera la caracterización de las propiedades mecánicas de 2 cerámicos experimentales, uno sintetizado convencionalmente respecto de otro sintetizado bajo el proceso de secado subcrítico con CO₂.

REVISION DE LA LITERATURA

Tipos de aparatología en ortodoncia

Diversos tipos de aparatología en ortodoncia existen hoy en día, en décadas anteriores se trabajaba solo con brackets metálicos convencionales; Sin embargo, en la actualidad se dispone de varias alternativas para llevar a cabo el tratamiento.

Brackets metálicos convencionales

Los brackets convencionales metálicos son uno de los dispositivos más utilizados en el campo de la ortodoncia para corregir maloclusiones dentales y alinear los dientes. En la actualidad, los brackets metálicos convencionales siguen siendo de primera elección por ser económicos, presentar una resistencia alta a la corrosión, un mayor módulo de elasticidad y óptimas propiedades biomecánicas, estos brackets están compuestos principalmente de acero inoxidable y han sido una opción confiable y efectiva durante décadas.(Maizeray et al, 2021)

Dentro de sus características principales, destacan por su durabilidad y resistencia a la corrosión por el material del que están fabricados, lo cual los convierte en una opción altamente confiable durante todo el tratamiento ortodóntico. En cuanto a la eficacia clínica en el movimiento y alineación de los dientes son excelentes. Los alambres y ligaduras utilizados en combinación con estos brackets permiten una amplia gama de ajustes para lograr la corrección adecuada de la maloclusión.(Ke et al,2019)

En comparación con algunas alternativas estéticas, los brackets metálicos convencionales suelen ser más asequibles, lo que los convierte en una opción accesible para un amplio espectro de pacientes y son fáciles de mantener limpios con una higiene oral adecuada, ya que no se tiñen ni decoloran con el tiempo.(Jurela et al, 2019)

Los brackets metálicos convencionales se utilizan en una variedad de situaciones ortodónticas, incluyendo el tratamiento de maloclusiones como sobremordida, mordida abierta, apiñamiento dental y diastemas, entre otros, así como también en casos complejos donde se requiere una alta fuerza y control en el movimiento dental. En muchos casos de cirugía ortognática, se utilizan brackets metálicos antes y después de la intervención para lograr una alineación adecuada de los dientes y la mandíbula. Su uso es adecuado para pacientes de todas las edades, desde niños hasta adultos y su resistencia es alta en pacientes con bruxismo, ya que pueden soportar la presión del rechinar dental.(Vartolomei et al, 2022)

Si bien los brackets metálicos convencionales han sido una opción ortodóntica sólida durante décadas, es importante tener en cuenta que en los últimos años han surgido alternativas estéticas que se han vuelto cada vez más populares, ya que los pacientes buscan tratamientos que no solo corrijan sus problemas dentales, sino que también sean discretos y estéticamente agradables, como los brackets cerámicos o de zafiro, que ofrecen una apariencia más discreta. La elección entre brackets metálicos y alternativas estéticas a

menudo depende de las preferencias del paciente, la gravedad de la maloclusión y otros factores individuales (Tamer et al, 2019).

Brackets estéticos

Algunas de las principales alternativas estéticas en ortodoncia son los brackets estéticos, también conocidos como brackets transparentes o de cerámica, representan una evolución significativa en el diseño de aparatos ortodónticos, ya que buscan combinar la eficacia clínica de los tradicionales brackets metálicos con la estética deseada por muchos pacientes. Este avance ha transformado la percepción de la ortodoncia, al permitir que la corrección de problemas dentales sea un proceso mucho menos visible, mejorando así la calidad de vida emocional de quienes buscan tratamiento ortodóntico (Ke et al,2019).

En la gama de los brackets estéticos se encuentran los de zafiro los cuales son similares a los brackets de cerámica, son transparentes y ofrecen una apariencia muy estética. Son altamente resistentes a las manchas y la decoloración, lo que los convierte en una opción duradera y atractiva (Ibrahim et al, 2020).

Dentro del rubro de alternativas estéticas se encuentran los brackets de autoligado estéticos, los cuales están diseñados para reducir la fricción y el tiempo de tratamiento, a diferencia de los brackets tradicionales, que utilizan ligaduras (bandas o anillos de goma) para sujetar el arco en su lugar, los brackets de autoligado tienen un mecanismo incorporado que sujeta el arco de manera

más eficiente, cuentan con una puerta o clip que se abre y cierra para sujetar el alambre. Están disponibles en versiones metálicas y estéticas, como los brackets de cerámica o zafiro. Los brackets estéticos suelen tener una puerta translúcida para mejorar la estética, son menos visibles que los brackets metálicos tradicionales y pueden ser una opción eficiente y estética (Jung, 2021).

Ortodoncia lingual

Otra opción es la ortodoncia lingual. En este enfoque, los brackets se colocan en la cara lingual o palatina de los dientes, lo que los hace completamente invisibles viendo al paciente de perspectiva frontal. Aunque requiere cierto tiempo de adaptación ya que puede llegar a ser molesto para la lengua, ser más costoso, y requerir un período de adaptación para hablar y comer, la mayoría de los pacientes se acostumbran rápidamente. Es una opción discreta para quienes buscan llevar a cabo su tratamiento de ortodoncia de manera desapercibida. Cada bracket lingual se fabrica de manera personalizada para adaptarse a la forma de los dientes del paciente, lo que mejora la comodidad y la eficacia del tratamiento y a pesar de su ubicación oculta, los brackets linguales son igualmente efectivos que los brackets tradicionales en la corrección de maloclusiones y alineación dental. La limpieza dental y la higiene son especialmente importantes con brackets linguales, ya que la ubicación puede dificultar el cepillado y el uso de hilo dental. Los pacientes deben recibir instrucciones detalladas sobre el cuidado adecuado (Jurela et al, 2019).

Alineadores

Los alineadores transparentes, son una opción popular para pacientes que buscan la máxima discreción. Son dispositivos de tratamiento hechos de un material plástico transparente y son personalizados para adaptarse a la forma de los dientes del paciente, se cambian periódicamente para mover gradualmente los dientes hacia su posición deseada, se utiliza un software de diseño asistido por computadora (CAD) en donde el ortodoncista planifica la secuencia de movimientos dentales necesarios para lograr la alineación adecuada. Esto implica determinar cuántos alineadores serán necesarios y cuánto tiempo tomará el tratamiento (Papadimitriou et al, 2018). Cada alineador está diseñado para realizar una serie específica de movimientos dentales. A medida que el paciente avanza en el tratamiento, cambia de un alineador a otro. El paciente cambia de alineador de acuerdo con el plan de tratamiento establecido por el ortodoncista, generalmente cada una o dos semanas. Cada nuevo alineador aplica presión controlada a los dientes para moverlos gradualmente hacia su posición final. Su uso es durante la mayor parte del día, generalmente al menos de 20 a 22 horas al día. Se deben retirar solo para comer, cepillarse los dientes y pasar hilo dental. Estos son altamente estéticos debido a su transparencia, lo que los hace prácticamente invisibles y al ser removibles, los pacientes pueden comer, cepillarse y usar hilo dental sin restricciones. También tienden a causar menos irritación que los brackets tradicionales, ya que no hay alambres ni brackets metálicos que rocen contra los tejidos bucales y mediante la tecnología de

escaneo 3D y planificación digital se permite una predicción precisa del resultado final del tratamiento (Tartaglia et al, 2021).

La tecnología digital ha revolucionado la ortodoncia al permitir la planificación y el seguimiento precisos del tratamiento. Los escáneres 3D eliminan la necesidad de moldes de yeso incómodos y permiten un enfoque altamente personalizado, Sin embargo; a pesar de las ventajas que brinda el flujo de trabajo digital, son pocos los ortodoncistas que utilizan esta tecnología puesto que deriva un alto costo y se requiere preparación técnica para su adecuada ejecución (Cunha et al, 2021).

Miniimplantes

En casos complejos, se pueden utilizar miniimplantes ortodónticos para proporcionar puntos de anclaje adicionales, lo que permite un mayor control en el movimiento dental y reduce la necesidad de brackets visibles, en los últimos años, controlar el anclaje dental en ortodoncia con miniimplantes ha sido de gran ayuda e importancia en el manejo clínico de los pacientes. El sistema de anclaje tiene la ventaja de ser de uso temporal y absoluto, disminuyendo los efectos adversos o colaterales que se pueden producir en los dientes (Umalkar et al, 2022).

Sonrisa digital

Por último, se cuenta hoy en día con la corrección de Sonrisa Digital, el cual es un enfoque que combina la ortodoncia con procedimientos de odontología estética, como carillas y blanqueamiento dental, para lograr una sonrisa completa

y atractiva, El diseño digital de sonrisa es una herramienta técnica utilizada para diseñar y modificar virtualmente la sonrisa de los pacientes y ayudarles a tener una visualización de antemano y una imagen digital de su nuevo diseño de sonrisa antes de que comience de manera práctica o física el tratamiento. Ayuda en la comunicación visual y la participación de los pacientes en su propio proceso de diseño de sonrisa, garantizando así un resultado del tratamiento predecible y aumentando la aceptación del caso, mejorando la comunicación entre clínico y paciente (Jafri et al, 2020).

La elección de la alternativa estética adecuada en ortodoncia depende de varios factores, como la gravedad de la maloclusión, las preferencias del paciente y el presupuesto disponible, la elección debe basarse en la evaluación de un ortodoncista, quien determina la opción más adecuada para las necesidades individuales de cada paciente.

Dentro de este estudio nos enfocamos en los biomateriales de los brackets cerámicos, los cuales se ofrecen como una opción estéticamente más agradable a los brackets metálicos convencionales.

Cerámicos de zirconia alúmina

Los materiales cerámicos destacan por sus tener propiedades mecánicas y térmicas excelentes, lo que cual los convierte en materiales adecuados para una diversas aplicaciones industriales y tecnológicas.

Se han encontrado usos en aplicaciones biomédicas con especial énfasis en el campo de la prótesis y ortopedia dental de los compuestos poliméricos-

cerámicos. Se ha prestado mucha atención a los materiales compuestos para la osteosíntesis, el tratamiento de defectos óseos y las restauraciones protésicas como coronas, puentes y tornillos de implantes completos (Nakonieczny et al, 2021).

El primer uso dental de zirconia contenía entre un 0,25 y un 0,5% en peso de alúmina, que tenía una alta resistencia pero una translucidez insuficiente y se utilizaba como núcleo para revestimientos cerámicos (Ban, 2021).

Propiedades de la zirconia alúmina

La unión de zirconia con alúmina ha resultado en una mejora de las propiedades termomecánicas, así como la tenacidad y la resistencia.

La cerámica de zirconia alúmina es extremadamente dura y resistente a la abrasión, por lo cual es buena para aplicaciones que requieren resistencia al desgaste, como piezas de maquinaria o herramientas de corte.

Así mismo se reconoce su alta tenacidad y resistencia a la fractura, lo que significa que son menos propensos a romperse bajo cargas mecánicas, a diferencia de algunas cerámicas más frágiles.

Es resistente a la corrosión química y puede soportar ambientes agresivos, lo que la hace adecuada para su uso en aplicaciones químicas y en la industria química (Dahl et al, 2019).

Tienen buenas propiedades de aislamiento térmico y son utilizados en aplicaciones donde se requiere una alta resistencia al calor, una baja conductividad térmica y eléctrica, lo que la hace útil en aplicaciones que requieren

aislamiento eléctrico y térmico. Entre los materiales de restauración dental, la zirconia tiene una conductividad térmica extremadamente baja.

Aplicaciones de la zirconia alúmina

Algunas aplicaciones comunes de la cerámica de zirconia-alúmina incluyen rodamientos de alta precisión, componentes para válvulas y bombas, componentes de sensores, herramientas de corte de alta velocidad, componentes dentales y médicos, y más (Žmak et al, 2019).

Es importante destacar que existen diferentes tipos de cerámica de zirconia-alúmina con propiedades ligeramente diferentes según la cantidad relativa de zirconia y alúmina en la composición. Estos materiales cerámicos se producen utilizando procesos de fabricación específicos para obtener las propiedades deseadas según la aplicación a utilizar.

Brackets cerámicos

La industria de la ortodoncia, se ha visto en la necesidad de crear aparatos estéticos y ha invertido en el desarrollo de distintos materiales, enfocándose en cumplir las expectativas no solo de los pacientes sino también de los ortodoncistas (Gkantidis et al, 2012). Los brackets cerámicos son el resultado de este proceso, son inertes al ambiente bucal y se han convertido en una elección muy utilizada en todo el mundo por su gran apariencia estética y resistencia mecánica superiores en comparación con los brackets de plástico (Dostalova et al, 2011).

A pesar de que principal ventaja sobre los brackets metálicos es la mejora de la percepción visual, existe un número limitado de informes que analizan sus propiedades ópticas a lo largo del tiempo, y aunque ha existido una mejora de la calidad y las propiedades desde que se introdujeron en la década de los 80, los brackets cerámicos actualmente disponibles en el mercado todavía presentan limitaciones importantes, como la mayor fricción con los arcos de ortodoncia, en comparación con los brackets metálicos, la fragilidad de los mismos, y el riesgo de dañar la estructura del esmalte durante el descementado (Bishara et al, 2008) (Pereira et al, 2009).

Tipos de brackets cerámicos que existen en el mercado

La fabricación de los aparatos fijos cerámicos puede realizarse a base de alúmina o zirconia (zirconia policristalina). Los brackets de alúmina pueden ser monocristalinos (zafiro) o policristalinos dependiendo del proceso de fabricación. Por lo general, los brackets de zirconia se elaboran mediante moldeo por impresión, seguido de prensado isostático en caliente (Iwasaki et al, 2022).

Los brackets cerámicos en la actualidad, se fabrican del material óxido de aluminio que también es conocido como alúmina, y son resistentes a altas temperaturas y a cambios químicos además de tener la propiedad de ser biocompatibles, disponen de una capacidad de unión muy similar al acero inoxidable (Samruajbenjakul et al, 2009).

Los brackets cerámicos se pueden dividir en dos grandes categorías de acuerdo a su proceso de síntesis, pueden ser de alúmina monocristalina o

policristalina (Meguro et al, 2006). La elaboración de aparatología fija con el proceso de alúmina de un solo cristal se obtiene un esqueleto y una distribución de las partículas más pura, por lo tanto mayor uniformidad en la superficie y mayor dureza (Reicheneder et al, 2007).

Características y propiedades mecánicas de los brackets cerámicos

Es importante conocer las características y propiedades mecánicas de los brackets cerámicos, a continuación, se mencionan algunas de ellas:

Primeramente, la particularidad de los brackets cerámicos es su capacidad para mimetizarse con el color natural de los dientes, haciéndolos menos perceptibles visualmente. Esto los hace populares entre los pacientes que desean una apariencia discreta durante su tratamiento de ortodoncia (Yang et al, 2019).

Los brackets cerámicos poseen una característica física importante es que gozan de una dureza muy alta, en comparación con los de acero inoxidable son más duros, lo cual genera un punto importante, tienen una alta resistencia a la fractura, es decir que son más propensos a fracturarse que los brackets metálicos convencionales. Los brackets cerámicos son generalmente resistentes y pueden soportar las fuerzas aplicadas durante el tratamiento ortodóncico. Sin embargo, su resistencia puede variar según el tipo de cerámica utilizada en su fabricación. (Erenas, 2016).

Otra característica a destacar es que presentan una grande fuerza al momento de adherirse, ya que su adhesión la hacen a través de retenciones

mecánicas que trae incorporado el bracket en su malla o mediante el uso de un agente de unión como lo es el silano, en algunos estudios se ha comparado la adhesión entre los brackets convencionales y los cerámicos y se ha demostrado que las fuerzas de unión del adhesivo al bracket de los brackets cerámicos son más bajos por lo que puede esperarse que tengan una mayor tasa de falla en cuanto a la adhesión (Kalidass et al, 2022). La cerámica al ser una superficie lisa tiene una adhesión en la superficie del diente más uniforme por lo que las fuerzas se distribuyen de manera más equitativa, y al momento de la descementación se necesita una mayor fuerza y comúnmente se fracturan (Delavarian et al, 2019). Estos tienen una mayor resistencia a la adhesión al esmalte y menor al descementado, lo cual hace que de este modo se aumente el riesgo de fractura a causa del bajo módulo de elasticidad, baja flexibilidad y mayor fragilidad en comparación con los brackets metálicos (Khalil et al, 2022). Aunado a esto, el descementado con pinzas se asocia con una sensación dolorosa y un efecto térmico en el diente (Ahmed et al, 2021). Esto genera un punto negativo importante ya que los costos de estos materiales son más elevados que los brackets convencionales y muchas veces en ortodoncia se necesita recolocar brackets o incluso el paciente los tira, y las reposiciones de un solo bracket puede llegar a ser muy costosa.

Otra propiedad importante es la resistencia a la fricción. A comparación de los brackets convencionales, se ha evidenciado que hay una producción mayor de fricción ya que se ha visto en el microscopio electrónico de barrido que los brackets metálicos tienen una menor rugosidad en su superficie lo cual

permite que el arco deslice con mayor facilidad (Bhat et al, 2022) y es por esto que con el paso del tiempo se desarrollaron los brackets híbridos que en su superficie externa están compuestos por algún material estético, y en el slot del bracket se incorporó la superficie de metal para permitir la disminución de las fuerzas de fricción.

Estos brackets suelen ser biocompatibles y no causan reacciones alérgicas ni irritación en la mayoría de los pacientes.

Una desventaja a mencionar es la decoloración que pueden adquirir al absorber pigmentos según la dieta del paciente y de este modo dejan de ser tan estéticos como lo eran en un principio (Cavalcante et al, 2013).

En general, los brackets cerámicos son una excelente opción para aquellos pacientes que desean una apariencia más estética durante su tratamiento ortodóncico y que están dispuestos a cuidar adecuadamente de ellos.

Los brackets estéticos en ortodoncia en la actualidad representan una alternativa terapéutica muy empleada, por lo cual, se destaca la importancia de mejorar las propiedades mecánicas en donde se mejoren las desventajas ante los brackets metálicos convencionales.

El presente trabajo de investigación se propone explorar un modelo experimental mediante la caracterización de partículas de zirconia alúmina procesadas mediante secado subcrítico con CO₂ para determinar si es posible modificar las propiedades mecánicas de un compuesto cerámico potencialmente empleable como material base de brackets cerámicos.

Clasificaciones de los brackets cerámicos

Se pueden agrupar los materiales utilizados para la confección de brackets según el recurso utilizado en plásticos, cerámicos y metales según la unión de enlace covalente y de su estructura. Los materiales pueden combinarse o ser utilizados individualmente (Erenas, 2016).

Los brackets cerámicos se pueden clasificar en:

Brackets cerámicos monocristalinos: Estos brackets están hechos de un solo cristal de cerámica, lo que les da una apariencia clara y translúcida. Son altamente estéticos y se mezclan bien con el color de los dientes. Sin embargo, pueden ser un poco menos resistentes que otros tipos de brackets cerámicos.

Brackets cerámicos policristalinos: Estos brackets están fabricados a partir de cerámica policristalina y tienden a ser más resistentes que los monocristalinos. Aunque no son tan translúcidos, aún son menos visibles que los brackets metálicos. La cerámica utilizada puede variar en color, desde translúcido hasta ligeramente coloreado (Suliman et al, 2015).

Brackets cerámicos estéticos transparentes: Estos brackets están diseñados para ser prácticamente invisibles. Son muy translúcidos y se asemejan mucho al color natural de los dientes. A menudo, están hechos de un material de cerámica especial que minimiza la decoloración con el tiempo.

Brackets cerámicos de autoligado: Estos brackets cerámicos tienen una característica adicional: no requieren ligaduras de goma o alambre para sostener el arco. En su lugar, utilizan una puerta o clip especial para mantener el arco en

su lugar. Esto reduce la fricción y puede facilitar el movimiento dental (Vartolomei et al, 2022).

Brackets Cerámicos Personalizados: Algunos ortodoncistas ofrecen brackets cerámicos personalizados que se adaptan específicamente a la forma de los dientes del paciente. Esto puede mejorar la comodidad y la eficacia del tratamiento, pero tiende a ser más costoso.

Modos de preparación de los brackets cerámicos

Este tipo de aparatología es producida por fabricantes especializados siguiendo procesos específicos.

El moldeo y sinterización es uno de los métodos más comunes para fabricar brackets cerámicos. Implica la creación de una matriz de cerámica de zirconia o alúmina, que se forma mediante moldeo o mecanizado para dar forma a los brackets individuales. Luego, los brackets se someten a un proceso de sinterización, que implica calentar la cerámica a altas temperaturas para que se vuelva más resistente y duradera. Durante este proceso, los brackets también pueden recibir un acabado estético, como pulido y esmaltado, para que tengan un aspecto transparente o translúcido (Silver et al, 2018).

Algunos brackets cerámicos se fabrican mediante fuerzas de corte utilizando máquinas de control numérico por computadora que esculpen la cerámica en la forma deseada con gran precisión. Este proceso permite la producción de brackets con una forma muy precisa y detalles personalizados (Sousa et al, 2020).

Otro método es la inyección de cerámica en donde, la cerámica en forma de polvo se mezcla con un aglutinante y se inyecta en moldes para crear los brackets. Luego, los brackets se someten a un proceso de cocción para eliminar el aglutinante y consolidar la cerámica (Silver et al, 2018).

Los brackets policristalinos están hechos de cristales de óxido de aluminio fundidos a altas temperaturas, lo que permite fabricar varios brackets al mismo tiempo. Son los más habituales debido a la calidad de los materiales y, en general, a la relativa facilidad de fabricación. Comparación con monocristal. Los brackets monocristalinos funcionan a temperaturas muy altas. H. Aproximadamente a 2100 °C, la masa fundida forma un único cristal de óxido de aluminio, produciendo un único soporte. Esto los hace más caros de fabricar que los brackets policristalinos. Utilizar esta manera de elaboración tiene ventajas como baja contaminación, alta resistencia a la tracción y baja opacidad, lo que la hace particularmente estética (Erenas, 2016).

La calidad y las propiedades mecánicas de los brackets cerámicos pueden variar según la manera de elaboración y la categoría de cerámica utilizada. Los brackets cerámicos de alta calidad están diseñados para ser resistentes, duraderos y estéticamente agradables. La elección del tipo de brackets cerámicos y el proceso de fabricación depende de la marca y el fabricante específicos.

Propiedades mecánicas de los cerámicos

Estudiar los materiales y sus propiedades presentes es importante para determinar cómo se comportará en las distintas aplicaciones que se le quiera dar. Mediante pruebas de laboratorio se puede investigar y cuantificar las propiedades mecánicas como lo son la dureza o la tenacidad a la fractura, y de este modo identificar sus características y viabilidad para su aplicación. Con el paso del tiempo distintos métodos de prueba se han creado para categorizar la dureza tales como la prueba de Rockwell, Knoop, Brinell y Vickers cada una con sus propios estándares pero teniendo siempre en cuenta el mismo fundamento de medición que consiste en presionar una muesca en la superficie a medir bajo condiciones de carga controladas y se considera más suave el material mientras mayor sea la muesca, y esto se traduce en un número el cual permite categorizar la dureza del material (Polanco et al, 2022). Las diversas pruebas existentes difieren según el material a utilizar; por ejemplo, la prueba de dureza Brinell es muy utilizada para determinar la dureza de materiales que son de madera o con una dureza relativamente baja (Sydor et al, 2020). Por otro lado, la dureza de Mohs se utiliza principalmente para determinar minerales (Zeng et al, 2021), la dureza Shore se utiliza para materiales poliméricos (Rodríguez, 2021) y la dureza Vickers se utiliza para determinar la dureza de metales, cerámicas y otros materiales. La dureza define la capacidad de los materiales más duros para resistir la deformación (Askeland et al, 2003).

Para cambiar la dureza de un material surgen diferentes formas. La microestructura se puede modificar mediante tratamiento térmico (como

enfriamiento) o mediante el depósito de recubrimientos de película delgada sobre la superficie del material base (Soffritti et al, 2020).

La prueba de dureza Vickers ha sido ampliamente utilizada debido a su simplicidad y aplicabilidad, ya que puede usarse para todos los materiales. Consiste en un penetrador de diamante pequeño en forma de pirámide y tiene un ángulo de 136° entre las caras planas del indentador (Fig. 1)

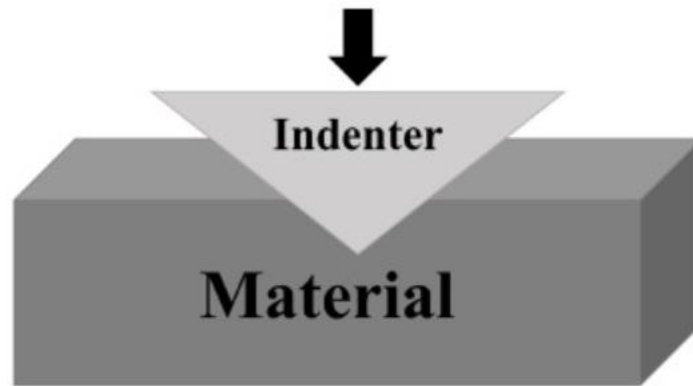


Fig.1. Proceso de indentación de una muestra de material. Fuerza aplicada con un penetrador al material. Tomada de: Polanco, Jonatan D et al. "Automatic Method for Vickers Hardness Estimation by Image Processing." (*Polanco et al, 2022*)

La siguiente fórmula determina la dureza Vickers:

$$Hv = 1.854 F/d^2$$

F hace referencia a la fuerza utilizada (kgf) y d a la longitud promedio de la diagonal que deja el penetrador (mm).

La tenacidad a la fractura de un material se refiere a su resistencia a la propagación de grietas. Las cerámicas y los polímeros duros tienen una tenacidad a la fractura muy baja en comparación con los metales y los compuestos. Los valores más bajos de tenacidad a la fractura hacen que las cerámicas sean más susceptibles a defectos como grietas. Son materiales sensibles a los defectos y que se deterioran rápidamente antes de la entrega. La resistencia a la tracción de un material frágil depende de su baja tenacidad a la fractura y del tamaño de los defectos que presenta (Ashby, 2008).

En algunos casos, los materiales cerámicos pueden fracturarse debido a la lenta propagación de las grietas. Este fenómeno se denomina fatiga estática o fractura retardada y es particularmente sensible a las condiciones ambientales, especialmente a las condiciones de humedad. La resistencia al agrietamiento de las cerámicas quebradizas se puede mejorar significativamente tratando térmicamente su superficie con tensión de compresión residual (Callister et al, 2019).

Para la determinación de la tenacidad a la fractura en cerámicas se efectúa una huella de dureza con un penetrador Vickers, enseguida se miden las longitudes de las cuatro fisuras generadas a partir de los cuatro vértices de la

huella. La relación matemática propuesta para el cálculo de la tenacidad a la fractura es:

$$K_c = D * (E * F) / (H * c^{3/2})$$

En donde K_c es la tenacidad a la fractura, D es una constante que depende de la geometría del penetrador, E es el módulo de elasticidad o de Young, H es la cifra de dureza, F es la carga aplicada y c es la longitud de fisura introducida.

El método tiene limitaciones, puesto que la longitud de fisura está elevada a un exponente 1,5 que magnifica los errores en el cálculo de la tenacidad a la fractura. Sin embargo, es un buen método cuando no se requieren valores de alta precisión (Núñez et al, 2013).

MATERIALES Y MÉTODOS

Tipo de estudio

Experimental, transversal

Diseño de estudio

Se diseñó un estudio dividido en tres etapas, siendo la primera de ellas la de síntesis de las muestras, en la cual un grupo de muestras fueron preparadas a través del método sol-gel se realiza la síntesis de los compuestos y un segundo grupo se sintetizaron por el método convencional, en una segunda etapa los polvos cerámicos sintetizados recibieron tratamientos de compactación y sinterización y finalmente una tercera etapa de pruebas mecánicas.

Población de estudio o muestra

Dos grupos de muestras de 5 por grupo fueron preparadas inicialmente para elegir las más aptas para su análisis.

Lugar de realización

Laboratorio de ciencias básicas y Laboratorio CIME de la Facultad de Odontología de la UACH, también el laboratorio de pruebas mecánicas del CIMAV, Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S.C.

Criterios de selección

Las más aptas para su análisis fueron aquellas que manifestaron mayor homogeneidad en sus formas y con menor porosidad.

Operación de las variables:

Variable independiente: Polvos cerámicos zirconia alúmina

Variables dependientes: Valores de microdureza y tenacidad a la fractura de las muestras

Materiales

Polvos cerámicos TOSOH-ZIRCONIA TZ-3Y20A Lote: ZA28738P de la casa comercial TOSOH CORPORATION NANYO MANUFACTURING COMPLEX Yamaguchi 746-8501 Japan.

Métodos

Síntesis de materiales

Los polvos cerámicos recibieron tres procesos para su preparación, siendo los siguientes: La síntesis, el prensado de polvos y el sinterizado de los polvos, confeccionando dos grupos de cerámicos de acuerdo a su proceso de síntesis, (cinco muestras por grupo). confeccionado los siguientes grupos:

Grupo A.- sintetizado por secado subcrítico con CO₂

Grupo B.- sintetizado por proceso convencional de secado al medio ambiente.

Grupo A.- sintetizado por secado subcrítico con CO₂. Para la síntesis de los compuestos de zirconia/alúmina por el proceso de secado subcrítico con Co₂, se realizó el procedimiento de la siguiente manera: En primera instancia se determinaron las cantidades de polvo a utilizar, posteriormente, se usó un dado para poder comprimir el polvo y obtener las muestras, según el diámetro del dado, se optó por colocar 0.086 g de polvo para realizar 5 muestras por lo que nos apoyamos de una hoja de papel para pesar con la balanza analítica marca Oahus y obtener el gramaje necesario para cada muestra, se colocó la hoja de papel y se pesó, luego se eliminó el peso total de la hoja y se procedió a colocar el polvo, obteniendo así el peso neto del polvo, se colocaron exactamente 0.086 g de polvo en cada vial, luego con la misma hoja de papel se llenaron los contenedores o viales con el gramaje exacto para cada muestra. Se procedió finalmente a la creación de las muestras, vaciando el contenido de cada vial en el dado, obteniendo así 5 comprimidos. Posteriormente, se colocó la muestra en un recipiente y se vaciaron 50 ml de CO₂ y se dejó secar a temperatura ambiente (proceso subcrítico) durante 10 días y posteriormente se observaron las muestras en un microscopio electrónico de barrido de emisión de campo JEOL-JCSM-7401F. Las imágenes fueron procesadas en un software Mountains Lab 10.0

Grupo B.- sintetizado por proceso convencional de secado al medio ambiente.

Se determinaron las cantidades de polvo a utilizar, posteriormente, se usó un dado para poder comprimir el polvo y obtener las muestras, según el

diámetro del dado, se optó por colocar 0.086 g de polvo para realizar 5 muestras por lo que nos apoyamos de una hoja de papel para pesar con la balanza analítica marca Ohaus y obtener el gramaje necesario para cada muestra, se colocó la hoja de papel y se pesó, luego se eliminó el peso total de la hoja y se procedió a colocar el polvo, obteniendo así el peso neto del polvo, se colocaron exactamente 0.086 g de polvo en cada vial, luego con la misma hoja de papel se llenaron los contenedores o viales con el gramaje exacto para cada muestra (Fig. 2), posteriormente la mezcla de polvos recibió un baño de acetona en un recipiente vítreo y se mezcló en agitador magnético por durante 40 minutos a 50°C, para posteriormente dejarla secar al medio ambiente hasta la evaporación.

Prensado de polvos.

El prensado de polvos de ambos grupos fue compactado en moldes de acero inoxidable a una presión constante de 30 MPa para obtener muestras en verde, no horneadas o sinterizadas, las cuales manifestaron una densidad relativa del 47% al respecto de la densidad real, las muestras fueron llevadas al proceso de sinterización posteriormente (Fig. 3).

Sinterizado de las muestras.

Las muestras en verde fueron llevadas al horno precalentado a 100°C y colocadas en una cama de polvos de alúmina SM8 Al₂O₃, para enclaustrarse a una atmósfera de aire y someterse a un ritmo de calentamiento de 30°C por

minuto, hasta llegar al punto máximo de 1400°C para lograr posteriormente al enfriado al medio ambiente una densidad relativa del 93% .



Fig. 2. Materiales utilizados y pesaje de las muestras. A) Polvo cerámico TOSOH-ZIRCONIA TZ-3Y20A. B) dado de trabajo. C) Balanza analítica Ohaus. D) Transferencia del polvo cerámico al vial.

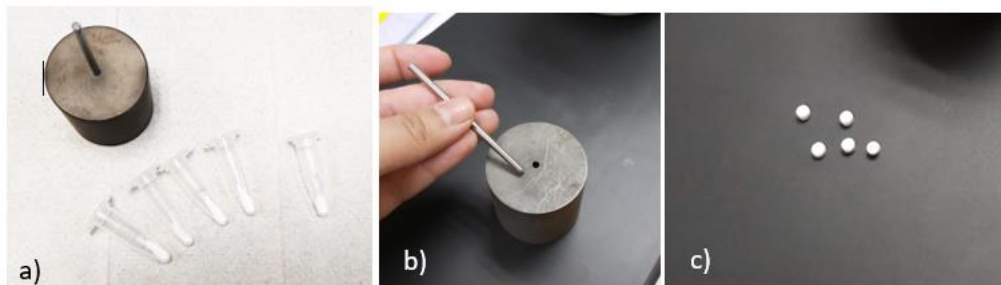


Fig. 3. Sintetizado de las muestras. A) Obtención de los 5 viales con el polvo cerámico. B) Compresión del polvo cerámico con el dado de trabajo. C) Obtención de las 5 muestras.

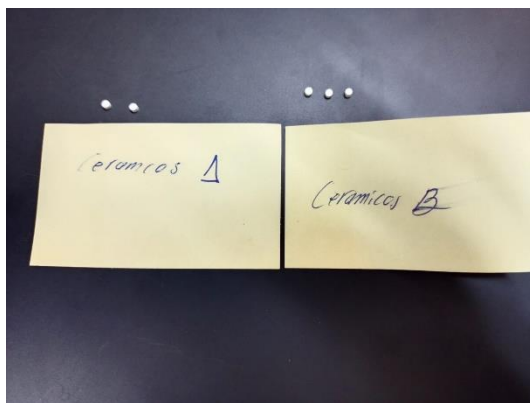


Fig. 4. Ambos grupos de muestras cerámicas

RESULTADOS

Imágenes obtenidas por el estereomicroscopio

Mediante las imágenes obtenidas por el estereomicroscopio podemos observar detalles de la microestructura superficial (Fig. 4). En el aumento a 8x se plasma la muestra de contorno circular con daños estructurales en su superficie externa lo que hacen que los bordes estén definidos de manera irregular, así mismo se observa en la superficie elevaciones sobre todo marcadas en los bordes y en el contorno superior de la muestra correspondiente al desgaste de la muestra o a la compresión del polvo de zirconia alúmina que no se realizó de manera uniforme. En la magnificación a 20x se aprecian las imperfecciones en el contorno de la muestra y se observan más a detalle los colores, en su mayor parte presenta un color uniforme, pero se aprecian pigmentaciones negras dispersas y se aprecia mejor la irregularidad de los bordes. En la magnificación a 35x se observa la superficie rugosa y la presencia de partículas claras y oscuras. Así mismo que presenta un diámetro de 2.28 mm y partículas de diversos tamaños, con un promedio de 0.0156 mm según los fragmentos medidos (Fig. 5)

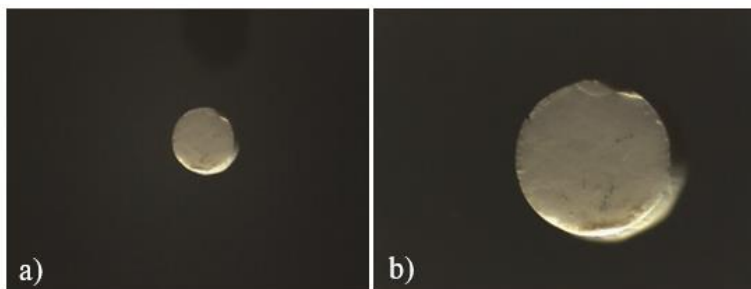


Fig. 5. Muestra de zirconia alúmina por secado subcrítico con CO₂ vista en el estereomicroscopio. A) Magnificación a 8x. B) Magnificación a 20x.

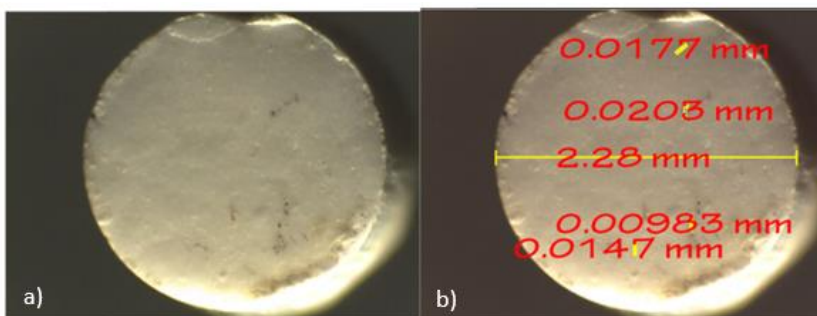


Fig. 6. Cerámicos analizados magnificación a 35x en el estereomicroscopio. A) Cerámico ATZ3Y20A1h. B) Cerámico B3Z3Y20A1h

Imágenes obtenidas por el microscopio electrónico de barrido

De los cerámicos confeccionados se eligieron dos, uno de cada grupo de acuerdo a su apariencia uniforme y libre de grietas y poros, para ser observados y probados por análisis de microdureza y tenacidad a la fractura

Se observa la superficie de los compuestos de zirconia alúmina secados mediante el proceso subcrítico. Se aprecian estructuras granulosas de diferente tamaño y diámetro; Sin embargo, no se observan rastros de fractura evidente.

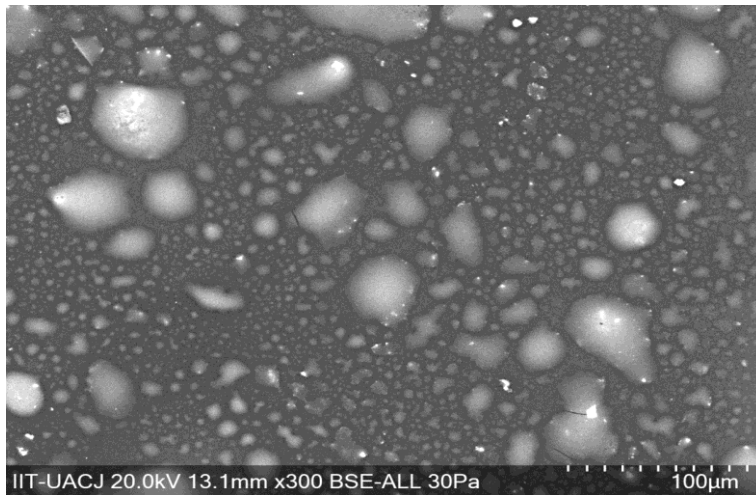
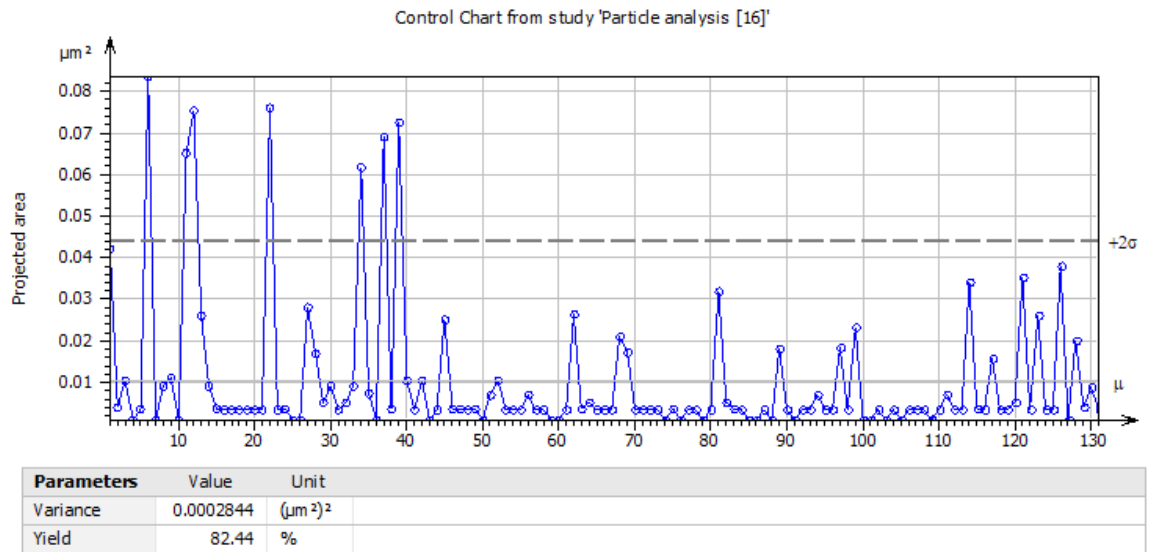


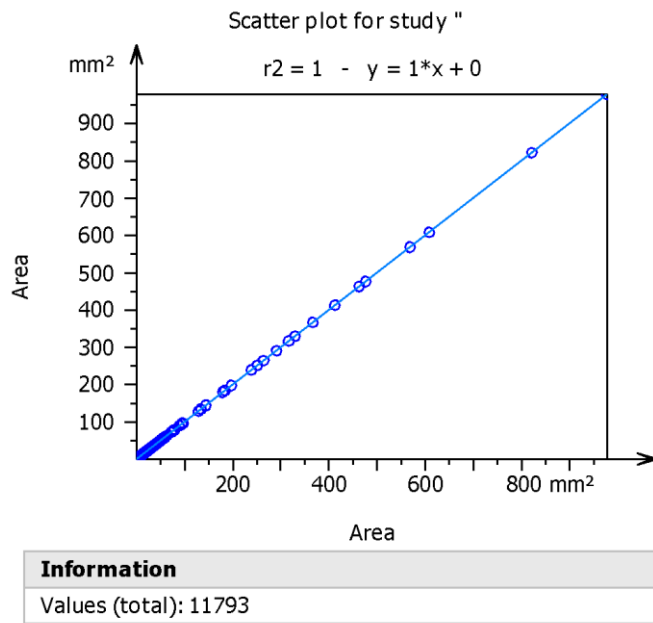
Fig. 7. Micrografía SEM de una muestra a escala de 100 μm

En la gráfica 1 se observa la distribución del tamaño de partículas presentes en los compuestos con una producción del 82.44 % y un tamaño de entre 1- 130 μm



Gráfica 1. Control del análisis de partículas

En la gráfica 2, se ilustra el análisis del coeficiente de correlación de las variables experimentales, se aprecia un valor de correlación lineal positivo perfecto de $r^2=1$, se observa de esta manera como los puntos se localizan alineados sobre la línea recta, lo cual demuestra una alta correlación de las variables.



Gráfica 2. Análisis de correlación lineal de variables

Reporte de resultados de microdureza y tenacidad a la fractura de 2 cerámicos:

Tabla 1. Promedios de microdureza y tenacidad a la fractura de los dos cerámicos

Cerámico	Microdureza GPa	K_{IC} (MPa m^{1/2})
ATZ3Y20A1h	14.60+ 0.68	3.73+0.53
BTZ3Y 20A-1h	15.49+ 0.98	3.05+0.19

Tabla 2. Conglomerado de valores para la determinación de la tenacidad a la fractura de ambos cerámicos

ATZ3Y20A1h	C1	C2	C3	C4	Sumatoria	C Promedio	KIC
indentación 1	42.163	28.907	36.089	37.463	144.622	36.1555	3.392164962
indentación 2	31.757	35.831	28.768	33.505	129.861	32.46525	3.986670976
indentación 3	40.052	41.469	37.494	36.488	155.503	38.87575	3.04242829
indentación 4	28.551	31.472	29.144	26.844	116.011	29.00275	4.721497381
indentación 5	30.156	32.136	34.354	31.406	128.052	32.013	4.071448631
indentación 6	38.391	41.708	39.724	33.168	152.991	38.24775	3.117666696
indentación 7	35.066	30.607	34.607	33.116	133.396	33.349	3.829255088
indentación 8	39.875	36.699	33.884	32.804	143.262	35.8155	3.440582642
indentación 9	40.258	35.194	33.31	33.445	142.207	35.55175	3.478940865
indentación 10	36.733	31.112	31.364	25.601	124.81	31.2025	4.2311111146
							3.731176668
							0.53
B3Z3Y20A1h	C1	C2	C3	C4	Sumatoria	C Promedio	KIC
indentación 1	44.024	37.008	39.425	32.653	153.11	38.2775	3.114032738
indentación 2	38.214	35.219	38.626	41.099	153.158	38.2895	3.112568937
indentación 3	42.057	37.069	43.217	38.969	161.312	40.328	2.879575667
indentación 4	38.787	37.49	38.906	41.414	156.597	39.14925	3.010602043
indentación 5	39.782	37.14	44.201	38.047	159.17	39.7925	2.937897802
indentación 6	41.237	42.219	41.812	41.755	167.023	41.75575	2.733153911
indentación 7	36.772	40.305	31.716	34.998	143.791	35.94775	3.421613515
indentación 8	36.635	43.907	36.654	36.899	154.095	38.52375	3.084222406
indentación 9	47.534	37.893	33.168	39.285	157.88	39.47	2.973978552
indentación 10	33.284	45.714	33.596	36.463	149.057	37.26425	3.241902464
							3.050954803
							0.19

Tabla 3. Base de datos de los valores de microdureza

ATZ3Y20A1h	1496.6	14.6771562
	1434.8	14.0710836
	1354.5	13.2835815
	1513.7	14.8448559
	1571.6	15.4126812
	1407.3	13.8013911
	1343.6	13.1766852
	1455	14.269185
	1422.9	13.9543803
	1562.5	15.3234375
	1395.7	13.6876299
	1540	15.10278
	1463.1	14.3486217
	1419	13.916133
	1518.1	14.8880067
	1513.7	14.8448559
	1599.4	15.6853158
	1500.9	14.7193263
	1518.1	14.8880067
	1604.1	15.7314087
	1475.6	14.4712092
	1373	13.465011
	1531.2	15.0164784
	1496.6	14.6771562
	1652.3	16.2041061
	1450.9	14.2289763
	1376.8	13.5022776
	1553.4	15.2341938
	1594.7	15.6392229
	1540	15.10278
	1489.303333	14.60559779
		0.78
	BTZ3Y 20A-1h	1739.5
1467.3		14.3898111
1513.7		14.8448559
1479.7		14.5114179
1467.3		14.3898111
1604.1		15.7314087
1426.8		13.9926276
1728.9		16.9553223

1647.4	16.1560518
1553.4	15.2341938
1623.1	15.9177417
1509.4	14.8026858
1553.4	15.2341938
1463.1	14.3486217
1479.7	14.5114179
1667.2	16.3502304
1637.6	16.0599432
1531.2	15.0164784
1467.3	14.3898111
1667.2	16.3502304
1544.5	15.1469115
1618.4	15.8716488
1492.3	14.6349861
1788.1	17.5358967
1771.9	17.3770233
1505.1	14.7605157
1687.4	16.5483318
1604.1	15.7314087
1576.2	15.4577934
1599.4	15.6853158
1580.49	15.49986543
	0.98

Análisis estadístico

Una muestra conformada por 2 diferentes cerámicos fue analizada por las pruebas de normalidad, sesgo y curtosis y Shappiro Wilk, siendo la estadística descriptiva bajo medidas de tendencia central, media y desviación estándar y finalmente una prueba paramétrica en T de Student para comparar medias entre dos categorías.

La muestra para micro dureza fue conformada por 60 mediciones (30 para cada uno de los cerámicos).

La media de micro dureza para el total de la muestra fue de 1518 ± 100.94

Las pruebas de normalidad como sesgo, curtosis y de los datos resultaron superiores al valor 0.05 por lo que se decidió utilizar estadística paramétrica, comparamos la media de micro dureza para ambas aleaciones.

Tabla 4. Media de micro dureza de la muestra

Cerámico	Media GPa	Desviación estándar	Valor p
ATZ3Y20A1h	1489.3	80.11	0.0001
B3Z3Y20A1h	1580	100.05	

T student

El cerámicos **B3Z3Y20A1h**, mostró una micro dureza mayor al cerámico **ATZ3Y20A1h**, donde la media fue de 1580 ± 100.5 para **B3Z3Y20A1h**, este resultado fue estadísticamente significativo.

La muestra para tenacidad fue conformada por 20 mediciones en total.

La media de tenacidad a la fractura para el total de la muestra fue de **3.39 ± 0.52**

Las pruebas de normalidad como sesgo, curtosis y de los datos resultaron superiores al valor 0.05 por lo que se decidió utilizar estadística paramétrica, comparamos la media de micro dureza para ambas aleaciones.

Tabla 5. Media de tenacidad de la muestra

Cerámico	Media K_{IC} (MPa m^{1/2})	Desviación estándar	Valor p
ATZ3Y20A1h	3.73	0.53	0.0006
B3Z3Y20A1h	3.05	0.19	

T student

DISCUSION

En esta investigación hemos reportado la formación y caracterización de compuestos de zirconia- alúmina secados con el proceso subcrítico. La técnica propuesta otorga un método eficiente y de bajo costo, mediante interacciones electrostáticas en solución. Los resultados obtenidos muestran que el complejo realizado presenta una gran estabilidad termodinámica mediante la formación de partículas en la superficie de los compuestos. El tamaño de las partículas sintetizadas oscila entre 1 y 130 μm lo cual fue confirmado por análisis micrográfico. De esta manera, el método propuesto para la síntesis, representa un grado de confiabilidad para ser reproducido, como lo muestra el análisis de correlación lineal. Los compuestos sintetizados a partir del método realizado, permitiría que fueran aplicados en áreas como la ortodoncia, ingeniería biomédica, biomateriales y medicina clínica entre otras.

La zirconia enriquecida con alúmina (ZTA) es un compuesto cerámico que generalmente es considerado para aplicaciones estructurales (Sktani et al, 2022). La combinación de diversos materiales puede resultar en la mejora de sus propiedades mecánicas, tal es el caso de la zirconia alúmina, el cual, es un material cerámico compuesto. Dentro de sus propiedades mecánicas destaca la alta resistencia a la compresión ya que soporta cargas considerables sin deformarse ni romperse, además de su dureza extremadamente alta muy útil para resistir al desgaste y ser duradera. Otra de sus propiedades es la resistencia que presenta a la deflexión, es decir, resiste fuerzas de flexión antes de fracturarse y así mismo es resistente a la corrosión, la cual es una propiedad

importante ya que puede soportar condiciones adversas y puede utilizarse en el ambiente bucal. Presenta una densidad baja por lo cual se puede utilizar en aplicaciones donde es necesaria la alta resistencia con un peso ligero. Este material destaca por su resistencia al desgaste, aunque un inconveniente grande de las cerámicas a base de alúmina son su baja tenacidad a la fractura, es decir, que puedan resistir cuando se hacen aplicaciones de alto impacto o a la propagación de grietas, al añadir una fase de zirconia a la matriz de alumina, se mejora la tenacidad a la fractura y otras propiedades mecánicas (Sarker et al, 2022). Es un material que puede ser útil en la fabricación de restauraciones dentales como estructuras para prótesis parciales fijas (Nevárez et al, 2011). Los factores como la forma, el tamaño del grano y las distribuciones de grano homogéneas o heterogéneas pueden ser un factor determinante importante en cuanto a las propiedades mecánicas, físicas, y biológicas de los composites cerámicos. (Nevárez et al, 2016)

En términos de propiedades mecánicas, ZTA cuenta con una tenacidad a la fractura competitiva en comparación con otras cerámicas avanzadas. Aunque ZTA tiene una microdureza Vickers inherentemente baja en comparación con otras cerámicas, sigue siendo lo suficientemente alta como para presumir de un conjunto diverso de aplicaciones (Yoo et al, 2023).

El proceso de secado de los compuestos de zirconia -alúmina por medio de CO₂ con la técnica de secado subcrítico, permitió la formación de partículas que recubren la superficie. Este tipo de formación hace que el material no se fracture, y el secado subcrítico, a su vez disminuye las fuerzas de contracción

durante los estadios de evaporación de los compuestos. Los resultados mostrados en la figura 8 de la distribución de tamaño de partícula demuestra que los procesos de secado inducen una aglomeración en solución cuando los reactivos se encuentran en el proceso de unión intermolecular, modificando la superficie de los compuestos. Este hecho permite a su vez que existan fuerzas que inhiben las tensiones de contracción durante el secado. Las aglomeraciones de partículas pueden deberse a la capacidad hidrofílica y a las interacciones electrostáticas entre las moléculas del complejo oxígeno-alúmina-zirconia. De los análisis realizados a los compuestos se desprende que existe una correlación positiva perfecta de las variables experimentales ya que los elementos se encuentran orientados sobre la línea recta, esto habla de que el método también posee la característica de ser reproducible.

Además, el proceso empleado, otorga una estabilidad termodinámica que también contribuye a neutralizar fuerzas de tensión que de alguna manera estarían participando en procesos de degradación de la superficie de los compuestos. El efecto de la estabilidad termodinámica previene la liberación de residuos de la superficie hacia afuera, ya que el rol que juega el CO_2 , es inhibir la rapidez de evaporación de los reactivos, disminuyendo con ello, en un proceso secundario, trazas de corrosión, que aumenten la aparición de fracturas tempranas en los compuestos. El haber realizado análisis mecánicos como las pruebas de microdureza y de tenacidad a la fractura ha permitido identificar las cualidades de un cerámico respecto de otro, encontrando diferencias significativas en las propiedades de tenacidad a la fractura principalmente, lo cual

es el punto clave de esta investigación al considerar que se identifican como el principal problema clínico de los aditamentos ortodónticos a base de cerámicos empleados en boca.

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

1. En esta investigación hemos reportado la técnica propuesta otorga un método eficiente y de bajo costo, mediante interacciones electrostáticas en solución.
2. Los resultados obtenidos muestran que el complejo realizado presenta una gran estabilidad termodinámica mediante la formación de partículas en la superficie de los compuestos.
3. Los compuestos sintetizados a partir del método realizado, permitiría que fueran aplicados en áreas como la ortodoncia.
4. Respecto de los resultados de tenacidad a la fractura, el cerámico A procesado por secado subcrítico manifestó valores de más resistencia por lo que puede ser considerado como un método optimizante.
5. La microdureza se identificó más alta en el cerámico convencional, debido a que su densidad fue más alta.
6. La hipótesis propuesta en la presente investigación fue comprobada al observarse diferencias significativas en las resistencias entre los dos cerámicos analizados, por tanto la variación en los procesos de síntesis puede optimizar las propiedades de los cerámicos debido a su mezclado homogéneo, para la confección de brackets cerámicos más resistentes.

LITERATURA CITADA

1. Maizeray R, Wagner D, Lefebvre F, Lévy-Bénichou H, Bolender Y. Is there any difference between conventional, passive and active self-ligating brackets? A systematic review and network meta-analysis. *Int Orthod.* 2021;19(4):523-38.
2. Ke Y, Zhu Y, Zhu M. A comparison of treatment effectiveness between clear aligner and fixed appliance therapies. *BMC Oral Health.* 2019;19(1):24.
3. Jurela A, Sudarević K, Budimir A, Brailo V, Lončar Brzak B, Janković B. Clinical and Salivary Findings in Patients with Metal and Crystalline Conventional and Self-Ligating Orthodontic Brackets. *Acta Stomatol Croat.* 2019;53(3):224-30.
4. Vartolomei AC, Serbanoiu DC, Ghiga DV, Moldovan M, Cuc S, Pollmann MCF, Pacurar M. Comparative Evaluation of Two Bracket Systems' Kinetic Friction: Conventional and Self-Ligating. *Materials (Basel).* 2022;15(12).
5. Tamer İ, Öztaş E, Marşan G. Orthodontic Treatment with Clear Aligners and The Scientific Reality Behind Their Marketing: A Literature Review. *Turk J Orthod.* 2019;32(4):241-6.
6. Batista DM, Faccini M, Valarelli FP, Cançado RH, Oliveira RC, Oliveira RCG, Freitas KMS. Attractiveness of different esthetic orthodontic wires. *Dental Press J Orthod.* 2020;25(6):27-32.

7. Ibrahim AI, Al-Hasani NR, Thompson VP, Deb S. In vitro bond strengths post thermal and fatigue load cycling of sapphire brackets bonded with self-etch primer and evaluation of enamel damage. *J Clin Exp Dent.* 2020;12(1):e22-e30.
8. Jung MH. Factors influencing treatment efficiency. *Angle Orthod.* 2021;91(1):1-8.
9. Papadimitriou A, Mousoulea S, Gkantidis N, Kloukos D. Clinical effectiveness of Invisalign® orthodontic treatment: a systematic review. *Prog Orthod.* 2018;19(1):37.
10. Tartaglia GM, Mapelli A, Maspero C, Santaniello T, Serafin M, Farronato M, Caprioglio A. Direct 3D Printing of Clear Orthodontic Aligners: Current State and Future Possibilities. *Materials (Basel).* 2021;14(7).
11. Cunha T, Barbosa IDS, Palma KK. Orthodontic digital workflow: devices and clinical applications. *Dental Press J Orthod.* 2021;26(6):e21spe6.
12. Umalkar SS, Jadhav VV, Paul P, Reche A. Modern Anchorage Systems in Orthodontics. *Cureus.* 2022;14(11):e31476.
13. Jafri Z, Ahmad N, Sawai M, Sultan N, Bhardwaj A. Digital Smile Design-An innovative tool in aesthetic dentistry. *J Oral Biol Craniofac Res.* 2020;10(2):194-8.
14. Nakonieczny DS, Kern F, Dufner L, Antonowicz M, Matus K. Alumina and Zirconia-Reinforced Polyamide PA-12 Composites for Biomedical Additive Manufacturing. *Materials (Basel).* 2021;14(20).

15. Ban S. Classification and Properties of Dental Zirconia as Implant Fixtures and Superstructures. *Materials (Basel)*. 2021;14(17).
16. Dahl GT, Döring S, Krekeler T, Janssen R, Ritter M, Weller H, Vossmeier T. Alumina-Doped Zirconia Submicro-Particles: Synthesis, Thermal Stability, and Microstructural Characterization. *Materials (Basel)*. 2019;12(18).
17. Žmak I, Ćorić D, Mandić V, Ćurković L. Hardness and Indentation Fracture Toughness of Slip Cast Alumina and Alumina-Zirconia Ceramics. *Materials*. 2019;13(1):122.
18. Gkantidis N, Zinelis S, Karamolegkou M, Eliades T, Topouzelis N. Comparative assessment of clinical performance of esthetic bracket materials. *Angle Orthod*. 2012;82(4):691-7.
19. Dostalova T, Jelinkova H, Sulc J, Nemecek M, Jelinek M, Fibrich M, et al. Ceramic bracket debonding by Tm:YAP laser irradiation. *Photomed Laser Surg*. 2011;29(7):477-84.
20. Bishara SE, Ostby AW, Laffoon J, Warren JJ. Enamel cracks and ceramic bracket failure during debonding in vitro. *Angle Orthod*. 2008;78(6):1078-83.
21. Pereira BR, Tanaka OM, Lima AA, Guariza-Filho O, Maruo H, Camargo ES. Metal and ceramic bracket effects on human buccal mucosa epithelial cells. *Angle Orthod*. 2009;79(2):373-9.

22. Iwasaki T, Nagata S, Ishikawa T, Tanimoto Y. Mechanical characterization of aesthetic orthodontic brackets by the dynamic indentation method. *Dent Mater J.* 2022;41(6):860-7.
23. Samruajbenjakul B, Kukiattrakoon B. Shear bond strength of ceramic brackets with different base designs to feldspathic porcelains. *Angle Orthod.* 2009;79(3):571-6.
24. Meguro D, Hayakawa T, Kawasaki M, Kasai K. Shear bond strength of calcium phosphate ceramic brackets to human enamel. *Angle Orthod.* 2006;76(2):301-5.
25. Reicheneder CA, Baumert U, Gedrange T, Proff P, Faltermeier A, Muessig D. Frictional properties of aesthetic brackets. *Eur J Orthod.* 2007;29(4):359-65.
26. Yang L, Yin G, Liao X, Yin X, Ye N. A novel customized ceramic bracket for esthetic orthodontics: in vitro study. *Progress in Orthodontics.* 2019;20(1).
27. Erenas CL. Resistencia de los brackets de zafiro a las fuerzas de compresión, cizalla y torsión. Tepic, Nayarit: Universidad Autónoma de Nayarit; 2016.
28. Kalidass P, Mohankumar K, Murali P, Ponniah H, Srinidhi S, Vigneshwaran KA, Mani B. In vitro Study - Comparative Evaluation of Bond Strengths of Stainless Steel Brackets and Ceramic Brackets after Curing with the Argon

- Laser and the Conventional Visible Light. *J Pharm Bioallied Sci.* 2022;14(Suppl 1):S688-s92.
29. Delavarian M, Rahimi F, Mohammadi R, Imani MM. Shear bond strength of ceramic and metal brackets bonded to enamel using color-change adhesive. *Dent Res J (Isfahan)*. 2019;16(4):233-8.
 30. Khalil AS, Tamish NM, Elkalza AR. Assessment of chemical, ultrasonic, diode laser, and Er:YAG laser application on debonding of ceramic brackets. *BMC Oral Health*. 2022;22(1):79.
 31. Ahmed T, Rahman NA, Alam MK. Comparison of Orthodontic Bracket Debonding Force and Bracket Failure Pattern on Different Teeth In Vivo by a Prototype Debonding Device. *Biomed Res Int*. 2021;2021:6663683.
 32. Bhat KRR, Ahmed N, Joseph R, Younus AA. Comparative Evaluation of Frictional Resistance Between Different Types of Ceramic Brackets and Stainless Steel Brackets With Teflon-Coated Stainless Steel and Stainless Steel Archwires: An In-Vitro Study. *Cureus*. 2022;14(4):e24161.
 33. Cavalcante JS, de Castellucci e Barbosa M, Sobral MC. Evaluation of the susceptibility to pigmentation of orthodontic esthetic elastomeric ligatures. *Dental Press J Orthod*. 2013;18(2):20.e1-8.
 34. Suliman SN, Trojan TM, Tantbirojn D, Versluis A. Enamel loss following ceramic bracket debonding: A quantitative analysis in vitro. *Angle Orthod*. 2015;85(4):651-6.

35. Silver M, Griffin AC, Jr., Azzopardi L, Masoud MI, Tokede O, Griffin AC, 3rd. Novel methods reveal that parallelism contributes to the functional vertical slot dimension in ceramic and metal brackets. *Angle Orthod.* 2018;88(6):812-8.
36. Sousa VFC, Silva FJG, Fecheira JS, Lopes HM, Martinho RP, Casais RB, Ferreira LP. Cutting Forces Assessment in CNC Machining Processes: A Critical Review. *Sensors (Basel)*. 2020;20(16).
37. Polanco, Jonatan D et al. "Automatic Method for Vickers Hardness Estimation by Image Processing." *Journal of imaging* vol. 9,1 8. 30 Dec. 2022, doi:10.3390/jimaging9010008
38. Sydor, Maciej, Grzegorz Pinkowski, and Anna Jasińska. "The Brinell method for determining hardness of wood flooring materials." *Forests* 11.8 (2020): 878.
39. Zeng, Xiang, et al. "Mineral identification based on deep learning that combines image and Mohs hardness." *Minerals* 11.5 (2021): 506.
40. Rodríguez-Prieto, Alvaro, et al. "Reliability prediction of acrylonitrile O-Ring for nuclear power applications based on shore hardness measurements." *Polymers* 13.6 (2021): 943.
41. Askeland, Donald R., et al. "The science and engineering of materials." (2003): 357-374.

42. Soffritti, Chiara, et al. "Influence of vacuum heat treatments on microstructure and mechanical properties of M35 high speed steel." *Metals* 10.5 (2020): 643.
43. *Materiales para la Ingeniería 1. Introducción a las propiedades, las aplicaciones y el diseño.* M. F. Ashby, David Rayner Hunkin Jones •. 2008.
44. Callister, William D., and David G. Rethwisch. *Ciencia e ingeniería de materiales.* Reverté, 2019.
45. Núñez, Carlos, Antoni Roca, and Jordi Jorba. *Comportamiento mecánico de los materiales. Volumen II. Ensayos mecánicos. Ensayos no destructivos.* Edicions Universitat Barcelona, 2013.
46. Sktani ZD, Arab A, Mohamed JJ, Ahmad ZA. Effects of additives additions and sintering techniques on the microstructure and mechanical properties of Zirconia Toughened Alumina (ZTA): A review. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials.* 2022 Aug 1;106:105870.
47. Nevarez-Rascon A, Aguilar-Elguezabal A, Orrantia E, Bocanegra-Bernal MH. Compressive strength, hardness and fracture toughness of Al₂O₃ whiskers reinforced ZTA and ATZ nanocomposites: Weibull analysis. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials.* 2011 May 1;29(3):333-40.
48. Nevarez-Rascon A, González-Lopez S, Acosta-Torres LS, Nevarez-Rascon MM, Orrantia-Borunda E. Synthesis, biocompatibility and mechanical

properties of ZrO₂-Al₂O₃ ceramics composites. Dental materials journal.
2016 May 31;35(3):392-8.

49. Yoo LG, Pang NS, Kim SH, Jung BY. Mechanical properties of additively manufactured zirconia with alumina air abrasion surface treatment. Sci Rep. 2023 Jun 6;13(1):9153. doi: 10.1038/s41598-023-36181-6. PMID: 37280320; PMCID: PMC10244492.

ANEXO 1

Artículo de referencia metodológica consulta

<https://cimav.repositorioinstitucional>

Al₂O_{3(w)}-Al₂O_{3(n)}-ZrO₂ (TZ-3Y)_n multi-scale nanocomposite: An alternative for different dental applications?

A. Nevarez-Rascon, A. Aguilar-Elguezabal, E. Orrantia, M.H. Bocanegra-Bernal.

Abstract

The influence of the addition of Al₂O₃ whiskers (2.5 wt. % up to 30 wt. %) on Vickers hardness and fracture toughness in an Al₂O_{3(n)}+ZrO₂(TZ-3Y)_n (90, 80 and 70 wt. %) composite was investigated. Green compacts were obtained by uniaxial pressing at 50 MPa and pressureless sintering at 1500 °C in air for 2 h. After sintering, relative densities ranging from 75% to 97% were reached. The whiskers resisted particle rearrangement owing to the extensive sliding distances along the whisker boundaries during sintering and the high length/diameter ratios. Sintering becomes more difficult with increasing whisker content, because whiskers come into contact with each other, forming a rigid network which hinders densification. The 2.5 wt. % Al₂O₃ whiskers + 27.5 wt. % Al₂O₃ nanoparticles + 70 wt. % TZ-3Y composite showed a hardness > 13 GPa and a maximum fracture toughness of 6.9 MPa m^{-1/2}, with an average grain size of 0.4 ± 0.17 μm. The observed crack deflection was an important mechanism in the improved fracture toughness of the composite. In addition, the grain size and residual porosity also seem to be factors in obtaining a wide range of hardness as well as fracture toughness by varying the Al₂O₃ whiskers and ZrO₂(TZ-3Y) content. The use of alumina-whisker-reinforced composites in



do

whiskers into ceramic matrices to form a whisker-reinforced ceramic matrix composite [6–8]. The ceramic whiskers are single crystals possessing a high degree of structural perfection and, hence, superior strength and toughness. For example, the tensile strength of ceramic silicon nitride whiskers is ~50 GPa, compared with ~3 GPa for glass fibers and 0.1 GPa for bulk glass [9–12]. In addition, the shape of the whiskers is generally acicular or needle-like, discontinuous, 0.1–5 μm in diameter and >5 μm long, with the potential benefit of bridging matrix microcracks and preventing them from propagating [9,13]. Xu et al. [14] found that ceramic whisker reinforcement imparted a nearly twofold increase in the flexural strength and fracture toughness of dental resin composites.

Studies conducted earlier showed that incorporating 20 vol. % of very strong microscopic SiC whiskers into a fine-grained (<2 μm) polycrystalline alumina matrix can result in a threefold increase in fracture resistance [15, 16]. This is achieved using SiC whiskers, which themselves have a fracture toughness of only ~3 $\text{MPa m}^{1/2}$, a value that is comparable with that of fine-grained alumina. The strength of the whiskers and fibers can also be increased when their diameters are reduced. The addition of dispersed ZrO_2 should allow an increase in toughness by the initiation of martensitic transformation of tetragonal ZrO_2 and/or microcracking [17,18]. It has been shown that the fracture toughness of mullite 20 vol.% SiC whiskers composites, in which 20 vol.% of ZrO_2 particles are dispersed, increases substantially compared with the composite without whiskers [19]. For example, the toughness values are 2 $\text{MPa m}^{-1/2}$, 4.7 $\text{MPa m}^{-1/2}$ and 7.7 $\text{MPa m}^{-1/2}$ for mullite, mullite + 20 vol.% SiC whiskers, mullite + 20 vol.% SiC whiskers + 20



vol.% monoclinic ZrO_2 particles, respectively. Here, microcrack toughening acts as an additional factor in whisker reinforcement. The amount of research and number of publications concerning the potential of whisker toughening has been increasing significantly. Although there have been partial overviews of these studies [15], no detailed review has yet been published on whisker toughening ceramics (WTC) in dental ceramics. Experimental studies and models based on fracture mechanics concepts indicate that five toughening mechanisms may operate in WTC. These mechanisms are crack deflection [20–22], crack bowing [21], microcracking [23], whisker pullout [24] and crack bridging by whiskers [25]. Crack bridging occurs by frictional interlocking of opposing fracture surfaces and by the formation of ligamentary bridges between them. Such phenomena have been observed in various composites such as rubber-toughened polymers [26], ceramic–metal composites [27] and coarse-grained alumina [28]. Whiskers or fibers can act as crack bridging sites like coarse grains. However, whisker loadings are limited where high sintered densities can be achieved.

High densities with high whisker loadings can be obtained by means of hot-pressing (HP) and hot isostatic pressing (HIP).

The trend today is to develop alumina–zirconia composites as an alternative to monolithic zirconia and alumina, which has been characterized by its high wear resistance, though it shows low resistance to fracture [3,29]. In the ZrO_2 – Al_2O_3 system, two composite materials can be prepared as follows: ZrO_2 reinforced with alumina particles and denoted by ATZ, or Al_2O_3 reinforced with



zirconia particles, ZTA. In both cases, the fracture toughness of the ceramic matrix material is increased [30–32]. The interest of dentists, dental technicians and patients is to acquire stronger and tougher ceramic materials [33], since clinical failure of ceramic restorations is very often associated with their brittleness and low fracture toughness. Thus the improvement of the in-service reliability of a material can be achieved by increasing its fracture toughness [34]. Yttrium oxide partially stabilized zirconia (Y-TZP) ceramic is now available to dentistry through the use of computer-aided design/computer-aided manufacturing (CAD/CAM) techniques which, compared with other dental ceramics, has better mechanical performance and superior strength and fracture resistance [35–37].

The types of zirconia recently introduced to the market are commercialized for dental rehabilitation such as veneers, inlay, crowns, onlay (VINCRON) and in fixed partial dentures. These materials contain such different types of composites as yttriumdoped cation (3Y-TZP) or magnesia-doped cation (Mg-PSZ), zirconia toughened alumina (ZTA) or a combination of 3Y TZP + Mg-PSZ. It is important to note that some of the mechanical properties in these composites depend directly on the grain size. When the grain size is $>1 \mu\text{m}$, the composite behaves unstably and is susceptible to spontaneous transformation whereas, when the grain size is $< 0.5 \mu\text{m}$, a sluggish $t \rightarrow m$ transformation occurs.

With grain sizes $<0.2 \mu\text{m}$ the $t \rightarrow m$ transformation is unlikely to happen, therefore reducing the possibility of cracking [38–40]. Whiskers were recently



used to reinforce dental composites to extend their use to large stress-bearing restorations. Taking into account that zirconia or/and zirconia-based composites are interesting multifunctional materials for many further applications [41], and in spite of the different studies published by several investigators on alumina–zirconia ceramics reinforced with silicon carbide whiskers, to the authors' knowledge, studies concerning alumina–zirconia with the addition of Al_2O_3 whiskers for different dental applications has not yet been reported. Based on these expectations, the main objective of this paper is to combine the transformation toughening in ZrO_2 ceramics with the addition of different percentages of alumina whiskers in an attempt to improve the fracture toughness and hardness in alumina toughened zirconia (ATZ) ceramic composites obtained by pressureless thermal treatment at 1500 °C for 2 h in air, and thus obtain an efficient alternative to commercial dental ceramics.

Materials and methods

Mixture preparation

High-purity $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (Baikalox SM8, Baikowski, USA; 100% α , purity >99.99%), MgO (500A, UBE Chemical Industries, Japan; purity >99.999%), and $\text{ZrO}_2 + 3 \text{ mol.}\% \text{ Y}_2\text{O}_3$ (thereafter abbreviated to TZ-3Y, Tosoh, Japan; purity >99.99%) powders and Al_2O_3 whiskers (2–4x2800 nm, Aldrich, USA) were used as starting materials. Their characteristics (particle size, surface area and theoretical density) are presented in Table 1. Homogeneous mixtures of 3 mol. % yttria-stabilized zirconia (TZ-3Y) with 10, 20 and 30 wt. %



Al_2O_3 (Al_2O_3 whiskers + Al_2O_3 nanoparticles) were prepared. Al_2O_3 whiskers ranging from 2.5 to 30 wt. % were first dispersed in 500 mL ethanol with ultrasonic agitation for 30 min to destroy the agglomeration state, and the nanopowders were subsequently intensely mixed with the dispersed Al_2O_3 whiskers by stirring with a magnetic stir bar until most of ethanol had evaporated, and then the mixture was dried at 100 °C for 12 h. To avoid any variations that can occur due to relative humidity changes, all experiments were done at the same time. In all compositions, the Al_2O_3 powder was previously doped with 25 ppm MgO powder in order to inhibit the grain growth during sintering.

Compaction and sintering

About 2.5 g of the mixture was uniaxially pressed at 50 MPa into a disk (steel die) 16 mm in diameter and 7 mm high using an Elvec Hydraulic Press at a constant strain rate of 30 kf s^{-1} . Green samples were placed into an alumina crucible with ZrO_2 + Al_2O_3 bed powders and sintered at 1500 °C for 2 h in air at a heating rate of 10 °C m^{-1} . After sintering, the furnace was shut off and allowed to cool down. The sintered density was measured using a geometric method with three samples per each composition. For this purpose, the thickness and diameter were measured using a digital vernier, accurate to 0.001 mm, and the weight was measured using a scale accurate to 0.1 mg, and then the average relative density was calculated. The samples were ground and polished through



Table 1
Characteristics of commercial starting powders.

Powder	Primary particle size (μm)	BET surface area ($\text{m}^2 \text{g}^{-1}$)	Theoretical density (g cm^{-3})
BaikaloX SMS Al_2O_3 ^a	0.050	10.0	3.98
3 mol% Y_2O_3 - ZrO_2 (TZ-3Y TOSOH) ^b	0.075	17.2	6.05
MgO 500A ^c	0.053	31.9	3.58
Al_2O_3 whiskers \varnothing 2–4 nm, length 2800 nm ^d		125	4.00

^a Supplied by Baikowski (USA).

^b Supplied by TOSOH (Japan).

^c Supplied by UBE Chemical Industries (Japan).

^d Supplied by Sigma-Aldrich (USA).

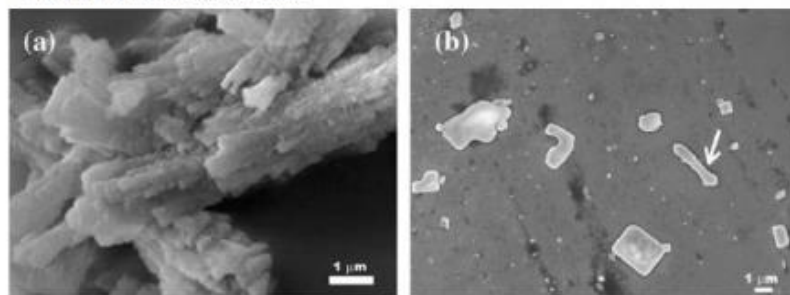


Fig. 1. SEM micrographs showing the appearance of the Al_2O_3 whiskers: (a) agglomerates of the “as received” whiskers; (b) higher magnification of dispersed whiskers showing Al_2O_3 particulates (arrow explained in the text).

SIC paper in a sequence of #400, #800 and #1200, and then polished by both 0.5 and 0.25 μm diamond pastes and subsequently thermally etched in air for 40–60 min at temperatures 150 °C below the sintering temperature. A drop of the above-dispersed Al_2O_3 whiskers was deposited onto a copper sheet.

Sample characterization

The polished and fracture surfaces as well as the Al_2O_3 whiskers were characterized by scanning electron microscopy (SEM: JEOL JSM 5800 LV,



Japan, and FEG SEM: JEOL JMS 7000F, Tokyo, Japan) using an accelerating voltage of 2–10 kV after carbon coating to avoid charging during exposure to the electron beam. The average grain size of Al_2O_3 and TZ-3Y in the sintered composite was measured by the linear intercept technique using 300–400 grains for each sample.

Hardness and fracture toughness

Vickers hardness measurements were carried out on sintered samples using a Microhardness Tester FM-7. Radial-median and Palmqvist crack systems exist in material as a consequence of indentation according to Ponton and Rawlings [42]. In the present study, the cracks appear on polished surfaces for a load of 1 kg held for 10 s. For the ratio of crack length to indentation length (c/a) <2.3 , the cracks developed were Palmqvist cracks. For a ratio >2.5 , the cracks formed during indentation take the form of median cracks. A lower indentation load was used to avoid cracking or spalling around the Vickers impression, which can affect the hardness and fracture toughness measurements owing to excessive



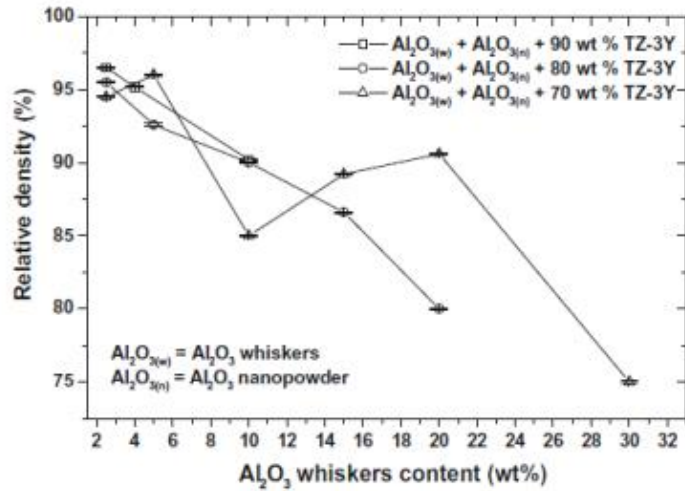


Fig. 2. Variations in relative densities as a function of Al₂O₃ whiskers content.

damage at the indentation tip or sides. Three samples per composition (diameter 12 mm, thickness 5 mm) and ~20–30 indents per each measurement were made, and the average hardness was determined. The separation between neighboring indentations was more than four diagonal lengths of indentation impression according to the standard ASTM C1327-99 for Vickers indentation hardness of advanced ceramics [43]. With the help of an Olympus PMG3 optical microscope, the corresponding indentations sizes and crack lengths were measured soon after indentation in order to prevent the slow crack growth associated with the stress field which acts after removal of the indenter and with environmental effect. The indentation fracture toughness (K_{IC}) was derived from average crack length and applying the following formula [44]:

$$K_{IC} = 0.0752P/C^{3/2} \quad (1)$$

where K_{Ic} is the fracture toughness, P the load, and C the crack length.

Results

In Fig. 1a, SEM reveals agglomerates of the “as received” $\alpha\text{Al}_2\text{O}_3$ whiskers exhibiting lengths up to $\sim 5 \mu\text{m}$ with aspect ratio of 35. A combination of elongated whiskers and Al_2O_3 in the form of particulate with sizes ranging from 0.1 to $0.8 \mu\text{m}$ was observed (see Fig. 1b). Some of the Al_2O_3 whiskers had diameters varying along their lengths (arrow in Fig. 1b).

The relative densities of specimens as a function of the Al_2O_3 whisker content are shown in Fig. 2. It is observed that the addition of whiskers up to ~ 5 wt.% had no significant influence on the densification, even though the relative density decreased with an increase in Al_2O_3 whiskers. At higher whisker content, the sintered density decreased significantly in the three compositions studied, suggesting the formation of agglomerates at high Al_2O_3 whisker content.

Fig. 3a–c shows representative SEM micrographs of polished and thermally etched Al_2O_3 (2.5 wt.% Al_2O_3 whiskers + Al_2O_3 nanoparticles) + 70, 80 and 90 wt.% TZ-3Y, corresponding to samples with maximum sintered density. This figure clearly shows that all samples were crack free, with approximately the same measured average grain size and Al_2O_3 grains (darker phase) homogeneously distributed in fine TZ-3Y matrix grains (the brighter phase). The absence of whiskers or their agglomerates on the polished surface is worth noting. Examination of the sintered surfaces shows that the grain size of alumina in the composite 2.5 wt.% Al_2O_3 whiskers + 27.5 wt.% Al_2O_3 nanoparticles + 70

wt.% TZ-3Y increased (measured value of $0.48 \pm 0.19 \mu\text{m}$), while the measured grain size for pure TZ-3Y decreased up to $0.32 \pm 0.14 \mu\text{m}$. However, the average obtained grain size of the composite was $0.4 \pm 0.17 \mu\text{m}$.

It is well known that the whiskers are normally received from commercial sources in the agglomerate state. If the whiskers

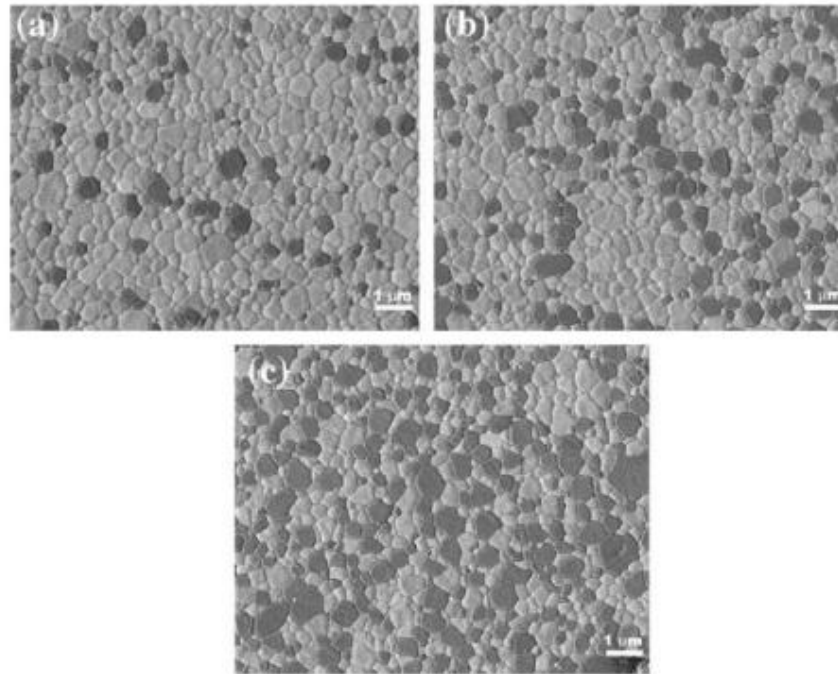


Fig. 3. SEM micrographs of polished and thermally etched samples: (a) 10 wt.% Al_2O_3 (2.5 wt.% Al_2O_3 whiskers + 7.5 wt.% Al_2O_3 nanoparticles) + 90 wt.% TZ-3Y; (b) 20 wt.% Al_2O_3 (2.5 wt.% Al_2O_3 whiskers + 17.5 wt.% Al_2O_3 nanoparticles) + 80 wt.% TZ-3Y; and (c) 30 wt.% Al_2O_3 (2.5 wt.% Al_2O_3 whiskers + 27.5 wt.% Al_2O_3 nanoparticles) + 70 wt.% TZ-3Y.

remain in that state, they remain as low density regions in the final composite, degrading the final mechanical properties and hindering grain growth. Fig. 4a–c shows this behavior, where the Al_2O_3 whisker agglomerates are

marked by a circle. At higher magnification (Fig. 4d–f), the whisker agglomerates showed morphology similar to that exposed in Fig. 1b.

Al_2O_3 whisker loadings were found to affect Vickers hardness, as shown in Fig. 5. It is observed that the hardness values show an increase with decreasing addition of Al_2O_3 whiskers. At whisker loadings below 4 wt.%, the hardness achieved by ATZ 90, 80 and 70 wt.% TZ-3Y composite was slightly superior. Meanwhile, above this percentage of whisker addition, a dramatic decrease in hardness is clearly observed. However, fracture toughness as a function of Al_2O_3 whiskers content is illustrated in Fig. 6. A similar trend to that obtained in the hardness plot (Fig. 5) is observed. Above 2.5 wt.% whisker addition, a decrease in fracture toughness occurs. However, at Al_2O_3 whisker content above ~15 wt.%, the attainable fracture toughness decreases significantly.

Discussion

Considering the mechanical properties of commercial ceramic materials, whisker-reinforced ceramic composites are materials with relatively high fracture toughness [45]. Taking into account the high fracture toughness of tetragonal zirconia polycrystal (TZP) matrix, an alternative way to improve its mechanical properties is by adding strong Al_2O_3 whiskers. As shown in Fig. 1, the “as received” alumina whiskers are free of pores and agglomerated. As mentioned above, if the whiskers remain in the agglomerate state during processing, these will remain in the final composite as low density regions, which is reflected in a low sintered density, as observed in Fig. 2, and fracture surfaces illustrated in Fig. 4d–f. Several problems are faced in obtaining adequate green composites

of WTC, one of which is their agglomeration. Whiskers tend to form large lumps during handling, and their homogeneous incorporation into the matrix powder is difficult [46], thus decreasing the packing efficiency of the composite.

The presence of whiskers in a powder compact makes sintering of the composite difficult, inasmuch as they resist particle rearrangement as a consequence of extensive sliding distances along whisker boundaries during sintering as well as high whisker aspect ratios, or ratios above a critical volume fraction. In this context, sintering becomes more difficult, increasing the whisker content, because they come into contact with each other and tend to form a rigid network. Therefore, the forces necessary to overcome the network are greater than the driving forces required for the sintering process. This behavior is reflected in Fig. 2 for whisker content >5 wt.%, where the sintered density decreased significantly in the three compositions studied, suggesting the formation of agglomerates at high Al_2O_3 whisker content, and therefore the whisker clusters can act as rigid inclusions, avoiding complete sintering and causing inhomogeneity in the phase distribution. Similar observations have been reported by Yang and Stevens [47], where large matrix particles situated at the intersection of whiskers welded the network firmly, which left interparticle porosity. Although fine particles inside the network can densify locally, the overall shrinkage is not affected by this, and consolidation slows down.

When high sintered densities must be achieved by conventional techniques (for example pressureless sintering), the whisker loading is very limited. Notwithstanding, the pressure-assisted techniques including HP and HIP

produce high densities at high whisker loadings [48] in WTA composites, with full density by HIP at 1550 °C and 200 MPa for 1 h, where a fine-grained composite was obtained by the process.

The hardness of ceramic composites can be affected by the intrinsic deformability of the ceramic and the microstructural parameters such as present phases, grain size and orientation, residual porosity and boundary constitution [49]. The reinforcement role of the Al_2O_3 whiskers in zirconia composite might affect the increase in hardness. Above 4 wt.% of whisker addition, a dramatic decrease in hardness is clearly observed (Fig. 5). This behavior could be attributed to the difficult in dispersing Al_2O_3 whiskers homogeneously in the composite, as well as the poor cohesion between alumina whiskers and the matrix [50]. The decrease in hardness can also be attributed to the sensitivity of hardness to the decrease in the sintered density (Fig. 2) as well as the existence of defects, as shown in Fig. 4a–f. In this context, the hardness value dispersion obtained in the compositions (Fig. 5) is related to the different porosity remaining in each sample. A decrease in the porosity percentage leads to an improvement in hardness.

In the literature, the hardness and the fracture toughness values of ceramics are frequently reported as a function of the grain size.

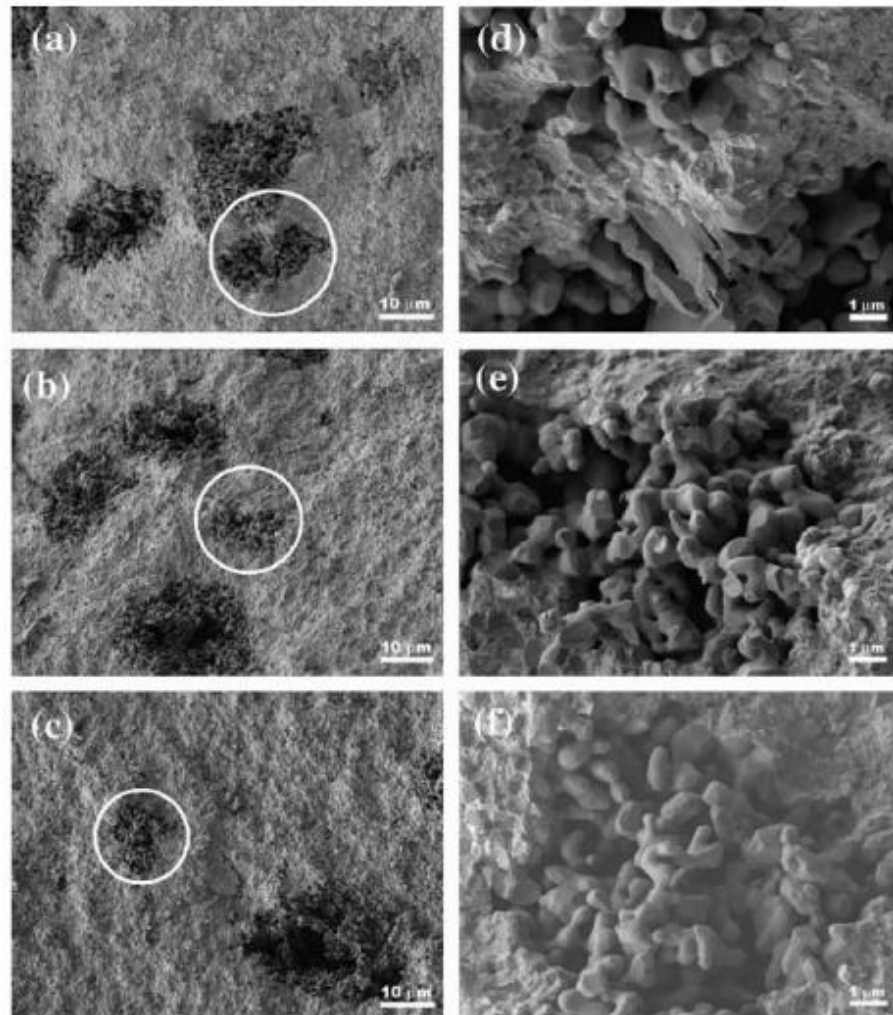


Fig. 4. SEM micrographs of fracture surfaces of pressureless sintered composites: (a) 10 wt.% Al_2O_3 (2.5 wt.% Al_2O_3 whiskers + 7.5 wt.% Al_2O_3 nanoparticles) + 90 wt.% TZ-3Y; (b) 20 wt.% Al_2O_3 (2.5 wt.% Al_2O_3 whiskers + 17.5 wt.% Al_2O_3 nanoparticles) + 80 wt.% TZ-3Y; (c) 30 wt.% Al_2O_3 (2.5 wt.% Al_2O_3 whiskers + 27.5 wt.% Al_2O_3 nanoparticles) + 70 wt.% TZ-3Y. (d-f) Corresponds to higher magnification of Al_2O_3 whisker agglomerates marked in white circle in (a-c).

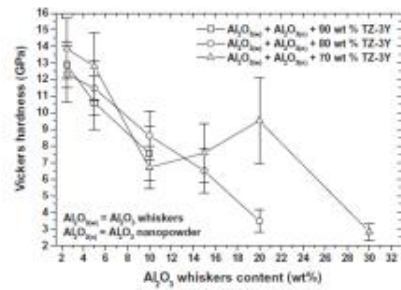


Fig. 5. Vickers hardness of ATZ nanocomposite as a function of Al_2O_3 whisker loadings.

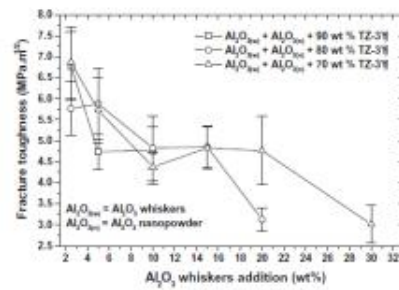


Fig. 6. Fracture toughness of ATZ nanocomposite as a function of Al_2O_3 whisker loadings.

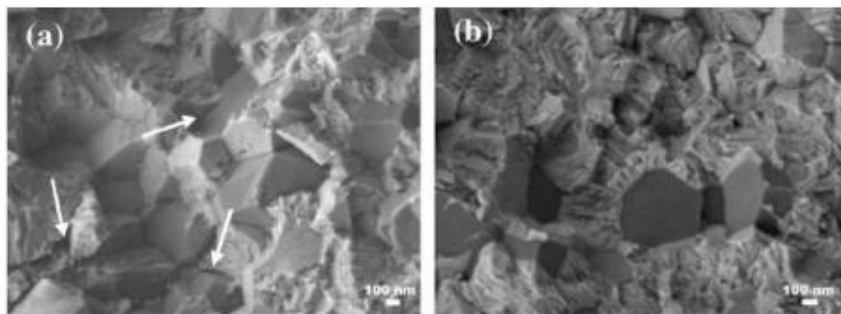


Fig. 7. Fracture surfaces of pressureless sintered composites: (a) 30 wt.% Al_2O_3 (2.5 wt.% Al_2O_3 whiskers + 27.5 wt.% Al_2O_3 nanoparticles) + 70 wt.% TZ-3Y; and (b) 30 wt.% Al_2O_3 + 70 wt.% TZ-3Y. Arrows in (a) indicate microcracks.

For example, Daguano et al. [1] reported a reduction in hardness in sintered $\text{ZrO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ attributed to an increase in the grain size; Suzuki et al. [51] reported that Vickers hardness is correlated with porosity in the former sintering stage, while in the latter sintering stage it is correlated with grain size; and Chakravarty et al. [52] revealed improved hardness values with small grain size. In the present work, hardness > 13 GPa, which is higher than the 12 GPa of conventional Y-TZP [53], was obtained in the 30 wt.% Al_2O_3 (2.5 wt.% Al_2O_3 whiskers + 27.5 wt.% Al_2O_3 nanoparticles) + 70 wt.% TZ-3Y composition. The

measured average grain size of $0.40 \pm$

$0.17 \mu\text{m}$ for the 70 wt.% TZ-3Y composite was $<1.27 \pm 0.5$ and

$0.57 \pm 0.1 \mu\text{m}$ obtained in as-sintered alumina and zirconia monoliths.

Indeed, the addition of a relatively low amount of Al_2O_3 particles and whiskers in TZ-3Y seems to be enough to allow a refinement in microstructure, increasing the hardness as well as the fracture toughness. This behavior can be supported by the results of Chakravarty et al. [52] and Daguano et al. [1].

Fig. 6 is a plot showing the fracture toughness as a function of alumina whisker content. It is believed that the high fracture toughness ($6.9 \pm 0.9 \text{ MPa m}^{-1/2}$) value obtained in the 30 wt.% Al_2O_3 (2.5 wt.% Al_2O_3 whiskers + 27.5 wt.% Al_2O_3 nanoparticles) + 70 wt.% TZ-3Y composition can be attributed to the fracture mode, which was mainly intergranular (many pits present on the fracture surface) accompanied by a partial transgranular fracture mode, as observed in Fig. 7a, where the roughness of the fracture surface increased in comparison with the relatively smooth fracture surface shown in Fig. 7b, corresponding to the composite without Al_2O_3 whiskers content (fracture toughness of $5.4 \pm 1.8 \text{ MPa m}^{-1/2}$). The mixed fracture mode results in greater fracture energy, which leads to greater fracture toughness. Similarly, it is worth noting that the intergranular fracture mode will improve the fracture toughness

The presence of microcracking in the composite (arrow marks in Fig. 7a) could contribute to the deflection of cracks and to the dispersion of its energy, therefore increasing the fracture toughness [33,54]. It is evident that the

improvement in fracture toughness is connected mainly to the presence of high deviation angles as a consequence of the tortuosity of the crack path (increase in crack deflection). Conversely, the decrease in fracture toughness in the composite free from Al_2O_3 whiskers (Fig. 7b) can be explained by the decrease in the number of crack deviations as well as deflection angles, indicating that the crack deflection mechanism is less effective in the toughening process [55].

In the behavior of the composite with and without the addition of alumina whiskers, it is evident that, comparing the whiskers versus only equiaxed particles, the geometry of these reinforcing phases is very important, inasmuch as an advancing crack necessarily finds it more difficult to avoid an intact relatively long 1- μm -diameter whisker than a 1 μm -diameter grain. As a result of this, the crack is deflected around the whisker, resulting in toughening due to the additional work required in propagating a deflected crack [6,45]. In other words, in the proximity of a whisker, the propagation energy of the advancing crack can be dissipated, and the crack can be deflected or pinned. Therefore, depending on whether the advancing crack interacts with a porous or dense whisker, for the same composite the fracture toughness can range from a small value to a larger value, resulting in a scatter in the data. It is also highly probable that different fracture toughness values will be obtained in the same sample, depending on the orientation of the Al_2O_3 whiskers.

The phase transformation has generally been known to be an important contribution to the improvement in fracture toughness

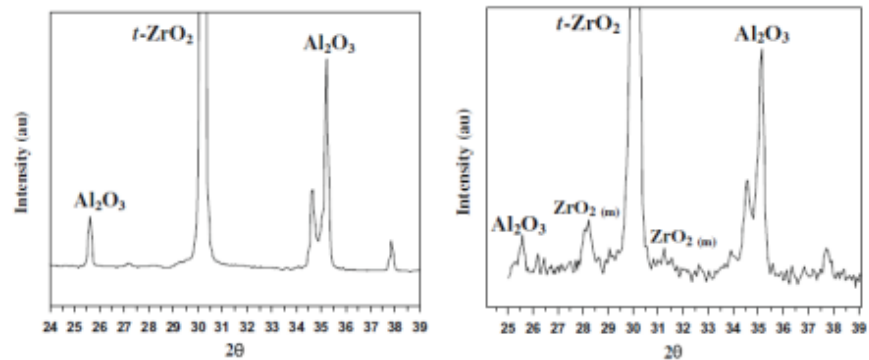


Fig. 8. XRD patterns of the (a) polished and (b) fracture surface of the pressureless sintered 30 wt.% Al_2O_3 (2.5 wt.% Al_2O_3 whiskers + 27.5 wt.% Al_2O_3 nanoparticles) + 70 wt.% TZ-3Y composites.

of ATZ ceramics [56]. It is speculated [45] that an increase in fracture toughness in the 30 wt.% Al_2O_3 (2.5 wt.% Al_2O_3 whiskers + 27.5 wt.% Al_2O_3 nanoparticles) + 70 wt.% TZ-3Y ceramic composite could be due to the increase in the amount of transformed monoclinic phase on the fracture surface of the specimen resulting from the induced stresses, owing to mismatch between thermal expansion coefficients of the ZrO_2 (TZ-3Y) matrix ($10.3 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$) and Al_2O_3 ($8.1 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$) grains or alternately to the formation of matrix microcracks prior to or during fracture of the ceramic composite (Fig. 7a). Fig. 8 shows the X-ray diffraction (XRD) patterns of the above composite, where the polished surface shows a phase composition of α - Al_2O_3 and tetragonal (*t*) zirconia phase (Fig. 8a), while the fracture surface (Fig. 8b) illustrates the presence of α - Al_2O_3 , tetragonal (*t*) as well as monoclinic (*m*) zirconia phase. An increase in the presence of monoclinic (*m*) phase in the fracture surface due to the tetragonal (*t*) to monoclinic (*m*) phase transformation during the fracture process is evident.

Conclusions

From the pressureless sintered $\text{Al}_2\text{O}_{3(\text{m})} + \text{Al}_2\text{O}_{3(\text{n})} + \text{ZrO}_2(\text{TZ3Y})_x$ (90, 80 and 70 wt.%) composites investigated, the following can be concluded:

Relative densities between 75% and 97% were attained in the different composites. In all cases the grain size was maintained at a submicron scale at a processing temperature of 1500 °C.

The 2.5 wt.% Al_2O_3 whiskers + 27.5 wt.% Al_2O_3 nanoparticles + 70 wt.% TZ-3Y composite showed a hardness > 13 GPa and a maximum fracture toughness of 6.9 $\text{MPa m}^{-1/2}$ with an average grain size of $0.4 \pm 0.17 \mu\text{m}$. The remaining porosity could contribute to obtaining a wide range of hardness as well as fracture toughness by varying the Al_2O_3 whiskers and the $\text{ZrO}_2(\text{TZ-3Y})$ content, the homogeneous dispersion of whiskers being a challenge.

In the relative absence of whisker pull-out, it is suggested that the crack deflection mechanism was more efficient for ceramic composites with the addition of alumina whiskers compared with the whisker-free sample, where the fracture surface was relatively smooth with a decreasing of fracture toughness up to 28% with respect to alumina whisker toughening ceramics (AWTC).

An increase in fracture toughness in the 30 wt.% Al_2O_3 (2.5 wt.% Al_2O_3 whiskers + 27.5 wt.% Al_2O_3 nanoparticles) + 70 wt.% TZ3Y ceramic composite could be due to the increase in the amount of transformed monoclinic phase on the fracture surface of the specimen as result of the fracture process as well as to the residual stresses associated with differential coefficients of thermal expansion between the TZ-3Y matrix and the Al_2O_3 grains. An increase in the

presence of the monoclinic (*m*) phase in the fracture surface due to the tetragonal (*t*) to monoclinic (*m*) phase transformation during the fracture process could also contribute to explaining the increase in fracture toughness.

A wide range of final densities, grain sizes, Vickers hardness and fracture toughness can be obtained in AWTC by varying the Al₂O₃ whiskers and the ZrO₂ (TZ-3Y) content, which can be used to suit the composite ceramic properties to diverse dental applications.

References

- [1] Daguano JKMF, Santos C, Souza RC, Balestra RM, Strecker K, Elias CN. Properties of ZrO₂-Al₂O₃ composite as a function of isothermal holding time. *Int J Ref Mat Hard Mat* 2007;25:374-9.
- [2] Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dental Mater* 2004;20:449-56.
- [3] Correa de Sá e Benavides de Moraes MC, Carlos NE, Duailibi FJ, Gulmaraes de Oliveira L. Mechanical properties of alumina-zirconia composites for ceramic abutments. *Mater Res* 2004;7:643-9.
- [4] Nikolay D, Kollenberg W, Deller K, Oswald M, Tontrup C. Manufacturing and properties of ZTA ceramics with nanoscaled ZrO₂. *Proc Eng* 2006;4:E35-7.
- [5] Leutbecher T, Hulsenberg D. Oxide fiber reinforced glass: a challenge to new composites. *Adv Eng Mater* 2000;3:93-9.
- [6] Zhang X, Xu L, Du S, Han J, Hu P, Han W. Fabrication and mechanical properties of ZrB₂-SiCw ceramic matrix composite. *Mater Lett* 2008;62:1058-60.
- [7] Zhang X, Xu L, Du S, Han W, Han J. Crack-healing behavior of zirconium diboride composite reinforced with silicon carbide whiskers. *Scr Mater* 2008;59:1222-5.
- [8] Zhang X, Xu L, Han W, Weng L, Han J, Du S. Microstructure and properties of silicon carbide whisker reinforced diboride ultra-high temperature ceramics. *Solid State Sci* 2009;11:156-61.
- [9] Lawn BR. Fracture of brittle solids. London: Cambridge University Press; 1993 [chapter 8].
- [10] Xu HHK, Jahanmir S, Ives LK. Material removal and damage formation mechanisms in grinding silicon nitride. *J*

- Mater Res 1996;11:1717–24.
- [11] Iwanaga H, Kawai C. Tensile strength of silicon nitride whiskers synthesized by reaction amorphous silicon nitride and titanium dioxide. *J Am Ceram Soc* 1998;81:773–6.
 - [12] Xu HHK, Eichmiller FC, Antonucci JM, Schumacher GE, Ives LK. Dental resin composites containing ceramic whiskers and procured glass ionomer particles. *Dent Mater* 2000;16:356–63.
 - [13] Xu HHK, Ostertag CP, Braun LM, Lloyd IK. Short-crack mechanical properties and failure mechanisms of Si₃N₄-matrix/SiC-fiber composites. *J Am Ceram Soc* 1994;77:1889–96.
 - [14] Xu HHK, Martin TA, Antonucci JM, Eichmiller FC. Ceramic whisker reinforcement of dental resin composites. *J Dent Res* 1999;78:706–12.
 - [15] Becher PF, Wei GC. Toughening behavior in SiC-whisker-reinforced alumina. *J Am Ceram Soc* 1984;67:C267–9.
 - [16] Wei GC, Becher PF. Development of SiC-whisker-reinforced ceramics. *Am Ceram Soc Bull* 1985;64:289–304.
 - [17] Evans AG. High toughness ceramics. *Mater Sci Eng* 1998;A105(/106):65–75.
 - [18] Becher PF. Toughening behavior in ceramics associated with the deformation of tetragonal zirconia. *Acta Metall* 1986;34:1885–91.
 - [19] Hsueh CH. Some considerations of evaluation of interfacial frictional stress from the indentation technique for fibre-reinforced ceramic composites. *J Mater Sci Lett* 1989;8:739–42.
 - [20] Liu H, Weisskopf KL, Petzow G. Crack deflection process for hot-pressed whisker-reinforced ceramic composites. *J Am Ceram Soc* 1989;72:559–63.
 - [21] Faber KT, Evans AG. Crack deflection processes I. Theory. *Acta Metall* 1983;31:565–76.
 - [22] Carter DH, Hurley GF. Crack deflection as a toughening mechanism in SiC-whisker-reinforced MoSi₂. *J Am Ceram Soc* 1987;70:C79–81.
 - [23] Singh JP, Goretta KC, Kupperrman DS, Routbort JL, Rhodes JF. Fracture toughness and strength of SiC-whisker-reinforced Si₃N₄ composites. *Adv Ceram Mater* 1988;3:357–60.
 - [24] Becher PF, Hsueh CH, Angelini P, Tiegs TN. Toughening behavior in whisker-reinforced ceramic matrix composites. *J Am Ceram Soc* 1988;71:1050–61.
 - [25] Ruhle M, Dalgleish BJ, Evans AG. On the toughening of ceramics by whiskers. *Scr Met* 1987;21:681–6.
 - [26] Kunz-Douglass S, Beaumont PWR, Ashby MF. A model for toughness of epoxy-rubber particulate composites. *J Mater*

- Sci 1980;15:1109–13.
- [27] Krstic VD, Nicholson PS, Hoagland RG. Toughening of glasses by metallic particles. *J Am Ceram Soc* 1981;64:499–504.
- [28] Rodel J, Fuller Jr ER, Lawn BR. In situ observations of toughening processes in alumina reinforced with silicon carbide whiskers. *J Am Ceram Soc* 1991;74:3154–7.
- [29] Chevalier J. What future for zirconia as a biomaterial? *Biomaterials* 2006;27:535–43.
- [30] De Aza AH, Chevalier J, Fantozzi G. Crack growth resistance of alumina, zirconia and zirconia toughened alumina ceramics for joint prostheses. *Biomaterials* 2002;23:937–45.
- [31] Ruhle M, Stecker A, Waidelich D, Kraus B. In situ observations of stressinduced phase transformation in ZrO₂ containing ceramics. In: Claussen N, Rulle M, Heuer A, editors. *Advanced in ceramics. Science and Technology II*. Columbus: American Ceramic Society; 1984.
- [32] Gregori G, Burger W, Sergio V. Piezo-spectroscopic analysis of the residual stress in zirconia-toughened alumina ceramics: the influence of the tetragonal-to-monoclinic transformation. *Mater Sci Eng* 1999;A271:401–6
- [33] Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part I. Pressable and alumina glass-infiltrated ceramics. *Dent Mater* 2004;20:441–8.
- [34] Evans AG. Perspective on the development of high-toughness ceramics. *J Am Ceram Soc* 1990;73:187–206.
- [35] Sjolín R, Sundh A, Bergman M. The decim system for the production of dental restorations. *Int J Comput Dent* 1999;2:197–207.

- [36] Christel P, Meunier A, Heller M, Torre JP, Peille CN. Mechanical properties and short-term in-vivo evaluation of yttrium-oxide partially-stabilized zirconia. *J Biomed Mater Res* 1989;23:45–61.
- [37] Hannink RH, Kelly PM, Muddle BC. Transformation toughening in zirconia-containing ceramics. *J Am Ceram Soc* 2000;83:461–87.
- [38] Gutknecht D, Chevalier J, Garnier V, Fantozzi G. Key role of processing to avoid low temperature ageing in alumina zirconia composites for orthopedic application. *J Eur Ceram Soc* 2007;27:1547–52.
- [39] Anusavice J. Clasificación de los materiales de reconstrucción dental (Classification of materials used in dental reconstruction). *Phillips' Science of Dental Materials* 11^o edición, Kennet Elsevier España, SA Génova; 2004.
- [40] Nelly JR, Denry I. Stabilized zirconia as structural ceramic: an overview. *Dent Mater* 2008;24:289–98.
- [41] Duszova A, Dusza J, Tomasek K, Blugan G, Kuebler J. Microstructure and properties of carbon/nanotube zirconia composite. *J Eur Ceram Soc* 2008;28: 1023–7.
- [42] Ponton CB, Rawlings RD. Dependence of the Vickers indentation fracture toughness on the surface crack length. *Br Ceram Trans J* 1989;88:83–90.
- [43] ASTM C-1327–99. Standard test method for Vickers indentation hardness of advanced ceramics. *Annual Book of ASTM Standards*, vol. 14.02; 1999.
- [44] Evans AG, Charles EA. Fracture toughness determinations by indentation. *J Am Ceram Soc* 1976;59:371–2.
- [45] Microstructure and properties of alumina-whisker-reinforced tetragonal polycrystal matrix composites. *CONF910162–1*; 1991.
- [46] Bengisu M, Inal OT. Whisker toughening of ceramics: toughening mechanisms, fabrication and composite properties. *Annu Rev Mater Sci* 1994;24:83–124.
- [47] Yang M, Stevens R. Microstructure and properties of SiC whisker reinforced ceramic composites. *J Mater Sci* 1991;26:726–36.
- [48] Bjork J, Hermansson LAG. Hot isostatically pressed alumina-silicon carbide whisker composite. *J Am Ceram Soc* 1989;72:1436–8.
- [49] Tekeli S. Fracture toughness (K_{1C}), hardness, sintering and grain growth behaviour of 8YSCZ/Al₂O₃ composites

- produced by colloidal processing. *J Alloys Compd* 2005;391:217–24.
- [50] Wook An J, Soon Lim Dae. Effect of carbon nanotube additions on the microstructure of hot-pressed alumina. *J Ceram Proc Res* 2002;3:201–4.
- [51] Suzuki HY, Shinosaki K, Kuroi H, Tashima S. Sintered microstructure and mechanical properties of high purity alumina ceramics made by high-speed centrifugal compaction process. *Key Eng Mater* 1999;159–160:187–92.
- [52] Chakravarty D, Bysakh S, Muraleedhran K, Narasigna Rao T, Sundaresan R. Spark plasma sintering of magnesia-doped alumina with high hardness and fracture toughness. *J Am Ceram Soc* 2008;91:203–8.
- [53] Zhang Y, Chen J, Hu L, Liu W. Pressureless-sintering behavior of nanocrystalline ZrO_2 – Y_2O_3 – Al_2O_3 system. *Mater Lett* 2006;60:2302–5.
- [54] Thompson JI, Anusavice KJ, Balasubramaniam B, Mecholsky JJ. Effect of microcracking on the fracture toughness and fracture surface fractal dimension of Lithia-based glass-ceramics. *J Am Ceram Soc* 1995;78:3045–9.
- [55] Celli A, Tucci A, Esposito L. Quantitative evaluation by fractal analysis of indentation crack paths in Si_3N_4 – SiC_w composites. *J Eur Ceram Soc* 1999;19:441–9.
- [56] Wang X, Tian J, Yu X, Shan Y, Liu Z, Yin Y. Effect of microstructure on the fracture behavior of micro-nano ZTA composite. *Mater Chem Phys* 2008;112:213–7.