

CARACTERIZAÇÃO E SELEÇÃO DE AGLUTINANTES PARA PRODUÇÃO DE PILARES TEMPORÁRIOS ESTÉTICOS EM ZIRCÔNIA PARA PRÓTESES SOBRE IMPLANTES PELA TÉCNICA DE MOLDAGEM POR INJEÇÃO



Autora: Carla Cristina Guimarães Nogueira

Orientadora: Renata Martins Parreira

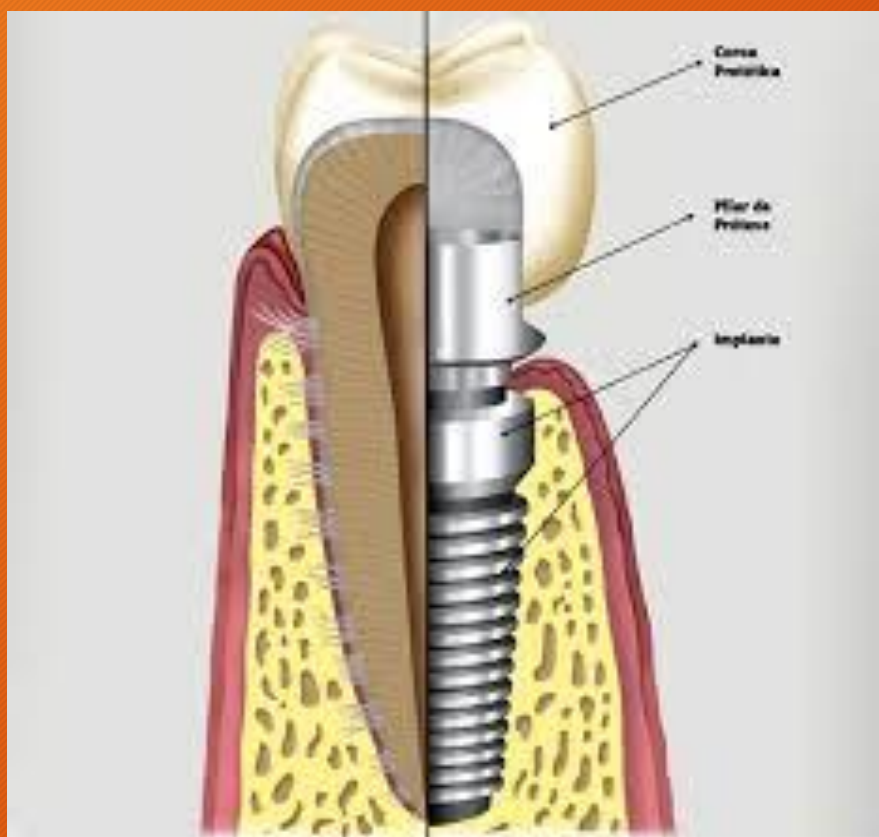
UniFOA - Campus Três Poços

Volta Redonda, 1º de março de 2024

Materiais cerâmicos possuem elevada biocompatibilidade, alta taxa de integração tecidual e baixa afinidade à placa bacteriana em associação à excelentes propriedades mecânicas e estéticas.

Desta forma, a evolução na composição e no processamento das biocerâmicas tem direcionado seu emprego para implantes odontológicos e ortopédicos.





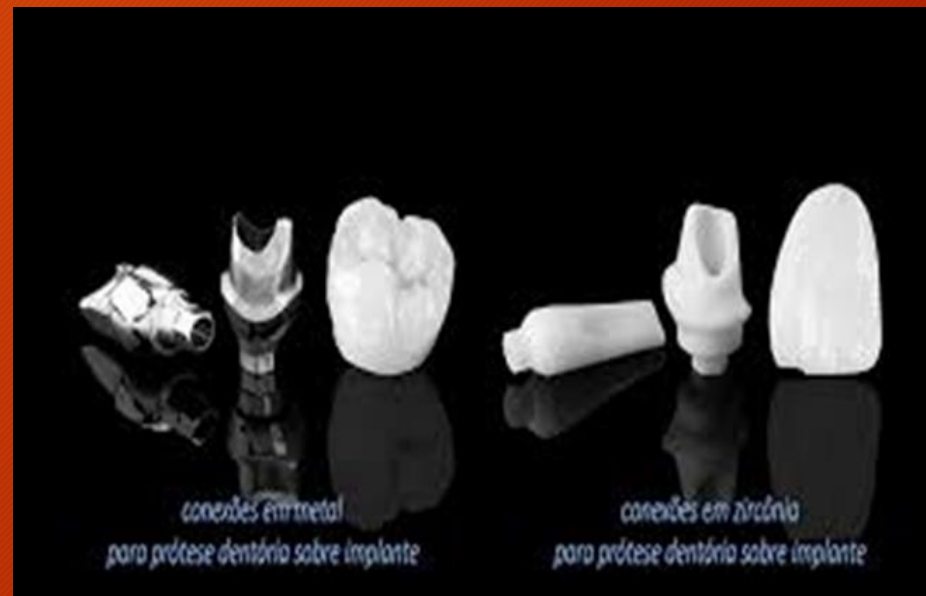
Mas o que são pilares?

São intermediários fixados às plataformas protéticas dos implantes dentários, por meio de parafusos de fixação.

Sobre o pilar se assentará a prótese dentária, sendo então, a ligação entre implante e a prótese odontológica.

PILARES TEMPORÁRIOS EM PRÓTESES SOBRE IMPLANTES: LIMITAÇÕES

O tipo de peça temporária selecionada influencia no condicionamento e na manutenção da saúde dos tecidos peri-implantares, impactando no resultado estético e funcional do tratamento.



IMPORTÂNCIA DA FASE DE PROVISIONALIZAÇÃO: SUCESSO

O emprego de pilares temporários personalizados promove e perpetua o perfil de emergência e a estética dos tecidos moles.



IMPORTÂNCIA DA FASE DE PROVISIONALIZAÇÃO: SUCESSO



IMPORTÂNCIA DA FASE DE PROVISIONALIZAÇÃO: INSUCESSO

A escolha de pilares universais predispõe a soltura ou afrouxamento de parafusos e dificulta o assentamento passivo das peças protéticas, podendo ocasionar perda óssea peri-implantar.



CAD-CAM: Alta excelência óptica à elevada resistência à fratura.

Blocos cerâmicos pré-sinterizados são usinados e posteriormente sinterizados.

Contudo possuem elevado custo operacional limitando aplicabilidade em peças temporárias.



Desafio da atualidade:

Equilibrar a produção e o consumo através da busca de materiais passíveis de reutilização sem risco de uso ou perda das propriedades inerentes.

Alternativa de insumo:

Na literatura verificou-se manutenção das propriedades da zircônia em pó reciclada, obtida a partir do pó da fresagem de blocos cerâmicos.



MOLDAGEM POR INJEÇÃO EM CERÂMICAS

10

A moldagem por injeção permite a obtenção de peças cerâmicas com geometria complexa a partir do uso de solventes orgânicos e agentes de superfície.

Variáveis do processo afetam a precisão dimensional são:

- equipamento empregado,
 - a preparação,
 - o tipo de mistura,
 - do pó cerâmico.



- Pelo processo de moldagem por injeção permitir o emprego eficaz dos pós cerâmicos na obtenção de peças com geometrias complexas, onde, superam-se as limitações de manuseio e modelagem intrínsecas do material.
- Pela redução das etapas de acabamento decorrente da precisão alcançada no processo de injeção de pós cerâmicos. Assim, elimina-se ou minimiza-se o retrabalho das peças, a propagação de trincas, em associação tem-se a economia de tempo e de recursos.
- Pela viabilização do uso da zircônia em pó reciclada, proveniente da fresagem de blocos cerâmicos pré-sinterizados. Vislumbrando-se a produção de peças protéticas temporárias com reaproveitando de materiais de alto custo.

OBJETIVO GERAL:

12

- Avaliar e selecionar aglutinantes (polietileno de alta densidade e de baixa densidade, da parafina e do ácido esteárico) que melhor preservem propriedades da zircônia, para a técnica de moldagem por injeção [PIM], caracterizando suas propriedades micro e macroscópicas.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS:

13

- Avaliar o pré-tratamento da zircônia com ácido esteárico, a fim de melhorar a dispersão e promover a redução de aglomerados da cerâmica;
- Verificar se o tipo de rota de processamento com os solventes poliméricos, sendo único ou em duas etapas, influencia na dispersão da zircônia pré-tratada;
- Avaliar a compatibilidade das propriedades dos aglutinantes poliméricos e orgânicos de acordo com a sua utilização em moldagem por injeção cerâmica, como ponto de fusão inferior ao da zircônia, ampla distribuição e facilidade de aquisição, possibilidade de desinfecção e de esterilização;

OBJETIVOS ESPECÍFICOS:

14

- Selecionar aglutinante ou grupo de aglutinantes que permitam a dispersão homogênea da zircônia ao longo de toda a peça injetada, favorecendo sua estabilidade dimensional;
- Viabilizar o emprego do pó de zircônia reciclada proveniente da fresagem de blocos pré-sinterizados, reduzindo o custo da produção de pilares temporários cerâmicos personalizados em prótese sobre implante.

IMPORTÂNCIA DOS AGLUTINANTES NO PROCESSAMENTO

Por que usar os aglutinantes?

Porque suprimem a baixa plasticidade dos pós cerâmicos, proporcionando trabalhabilidade à técnica de processamento por injeção.

Os aglutinantes influenciam no comportamento reológico e na processabilidade, porém devem ser passíveis de remoção da peça injetada sem causar alterações dimensionais ou defeitos.

- Zircônia estabilizada com ítria de grão D50 60 μm , densidade de 1.3g/cc, área de superfície específica de 6-8m²/g (GY3Z-R60 3 mol% Y-TZP granules Dental applications Saint-Gobain ZirPro)
- Polietileno de alta densidade (SHC7260LS-L, Braskem)
- Polietileno de baixa densidade (SBC818, Braskem)
- Ácido esteárico vegetal com ponto de fusão de 60° C
- Cera de parafina com ponto de fusão e fulgor de respectivamente 60,3° C e 244° C, penetração 100g/5s a 25° C em partículas de 0.1mm

Segundo a literatura:

- Melhora a dispersão e conseqüentemente reduz os aglomerados das partículas de zircônia.
- Proporciona disposição homogênea da zircônia ao longo de toda peça, mantendo as suas propriedades.

METODOLOGIA: PRÉ-TRATAMENTO DA ZIRCÔNIA

18



- O pré-tratamento consistiu em:
- Secou-se a zircônia, a fim de reduzir as impurezas, em estufa a 110°C por 1h;
 - Resfriou-se em temperatura ambiente;
 - Adicionou-se o ácido esteárico 4% em massa;
 - Levou-se ao moinho de bolas por 15 minutos a 50 rpm, visando união química superficial.

METODOLOGIA: SELEÇÃO DA CONCENTRAÇÃO SOLVENTES E ZIRCÔNIA

Baseando-se na literatura, tem-se que:

Para o PEAD, devido as suas propriedades de miscibilidade, que, quando presente em 70% em massa, permite maior densidade final da zircônia. Desta forma, sugeriu-se a utilização de PEAD nesta concentração, ou superior, associado a outro polímero.

Para zircônia, levantou-se que partículas menores pioram as características de injeção, e devido a zircônia empregada possuir o tamanho de partícula de 60 μ m, optou-se pelo uso de 40% em massa de zircônia como carga.

No grupo A, de único processamento, incorporou-se a zircônia pré-tratada diretamente com todos os aglutinantes selecionados resultando nas amostras para injeção.

No grupo C, de duplo processamento, previamente incorporou-se separadamente a zircônia e os solventes à parafina. Eliminou-se a parafina em seguida, e então obteve-se as amostras para injeção.

Composição das Amostras A1 e A2

	SÓLIDOS 40%	AGLUTINANTES 60%
A1	Zr 96% AE4%	PEAD 44% PF56%
A2	Zr 96% AE 4%	PEAD33% PEBD 11% (proporção de 75/25) PF56%.

Processou-se diretamente a zircônia pré-tratada, a parafina e o(s) solvente(s) selecionado(s) no homogeneizador MH com frequência de 60Hz por 7 minutos.

Composição das pré-amostras

B1	Zr40%, AE4% , PF56%
B2	PEAD 44% , PF56%
B3	PEAD33%, PEBD 11% PF56%.

Composição final das amostras

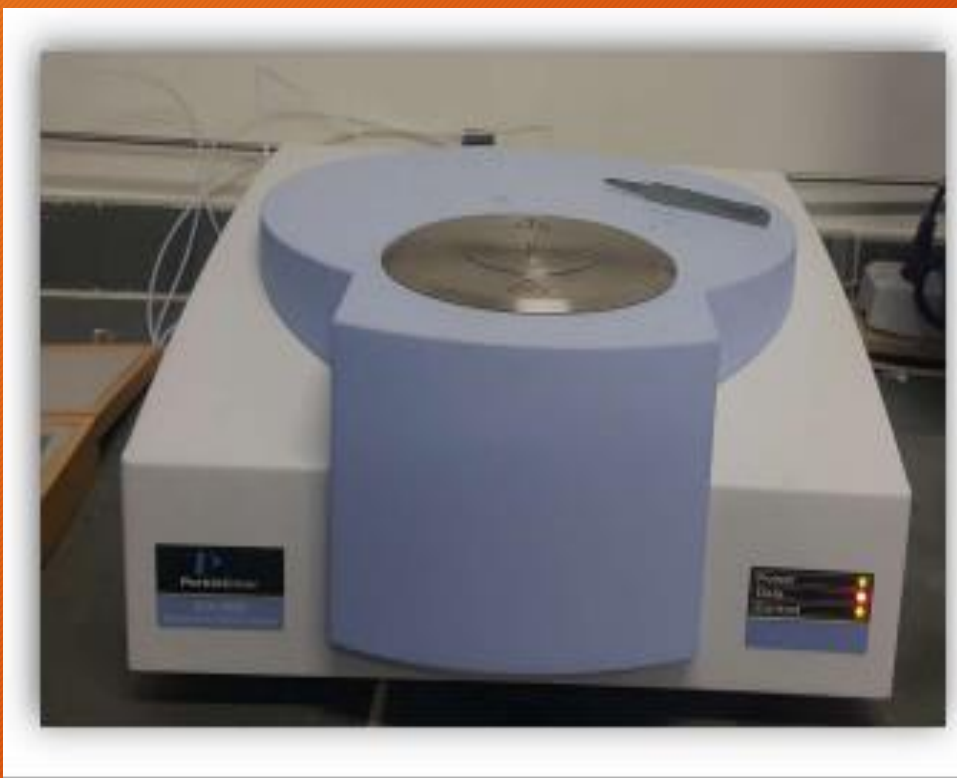
C1 (B1+B2)	Zr 40%	PEAD 60%
C2 (B1+B3)	Zr 40%	PEAD 48% E PEBD 12%

Processamento:

- Incorporou-se as pré-amostras B1, B2 e B3 no homogeneizador com frequência de 60Hz por 7 minutos.
- Imergiu-se as amostras em álcool isopropílico a 70° por 24h, drenou-se e secou-se em temperatura ambiente para promover a remoção da parafina.
- Mensurou-se em massa e agregou-se no homogeneizador com frequência de 60Hz por 7 minutos as pré-amostras gerando as amostras finais.

O presente trabalho pretendeu verificar com os ensaios propostos a dispersão da zircônia nas amostras com distintas composições e rotas de processamento, visando a seleção daquela que favoreça ao processo de moldagem por injeção.

Desta forma caracterizou-se as amostras por análise termogravimétrica, dureza Shore D, difração de radiação-X e microscopia eletrônica de varredura.



Realizou-se o ensaio com 10mg de massa, aproximadamente, depositada em cápsulas de alumina onde obteve-se as curvas através de rampas de aquecimento na faixa de 30°C e 700°C, com taxa de 20 °C.min⁻¹, com o fluxo de nitrogênio de 20mL.min⁻¹. Objetivou-se verificar a temperatura de degradação dos aglutinantes, bem como os teores de materiais usados na composição.

Equipamento STA 6000 (Análise Térmica Simultânea da PerkinElmer Ltda)



Utilizou-se o Durômetro Shore D onde obtiveram-se cinco aferições em cada amostra, seguindo-se da determinação da média aritmética para cada amostra de acordo com a norma ASTM D2240.

Equipamento Digimes (TH210, capacidade de 0 a 100 Shore D, resolução 0,1 Shore D, exatidão ± 1 Shore D)

METODOLOGIA: DIFRAÇÃO DE RADIÇÃO-X

26



Aplicou-se o Difratorômetro de Raio-X na voltagem de tubo de RX com leitor de cobre: 40.0KV, A: 30.0mA, scan range: 10 a 80 mil graus, scan speed: 2.000deg/min, passo 0.02, com 40 minutos para cada amostra e temperatura de Chiller: 18-19°C.

Verificou-se então a porcentagem de cristalinidade das amostras seguindo a norma ASTM D2240.

Equipamento Shimadzu (modelo XRD-6100/700 versão 7.00: main, voltagem 20KV, amperagem 2.0 ma, tempo de aquecimento 5 minutos)



Através da avaliação por MEV verificou-se a disposição e dispersão da zircônia nos solventes, formação e disposição dos poros e a manutenção da matriz polimérica após processamento. As condições do ensaio utilizadas foram voltagem do filamento variando de 5KV à 15KV, a 90° C.

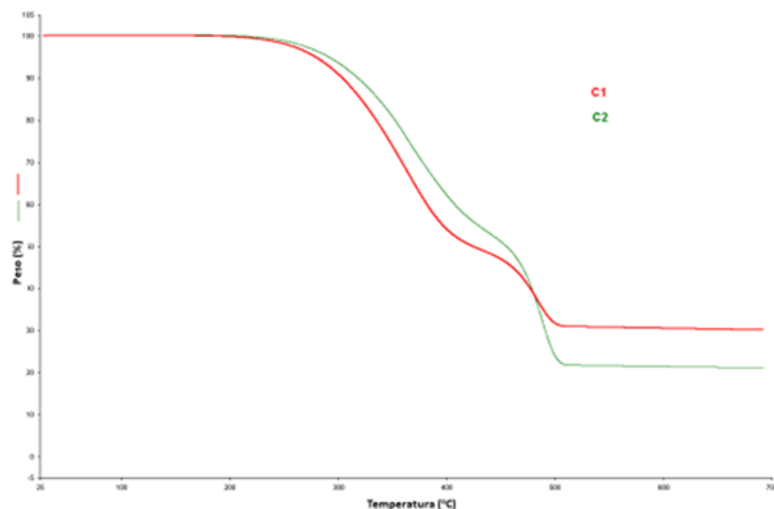
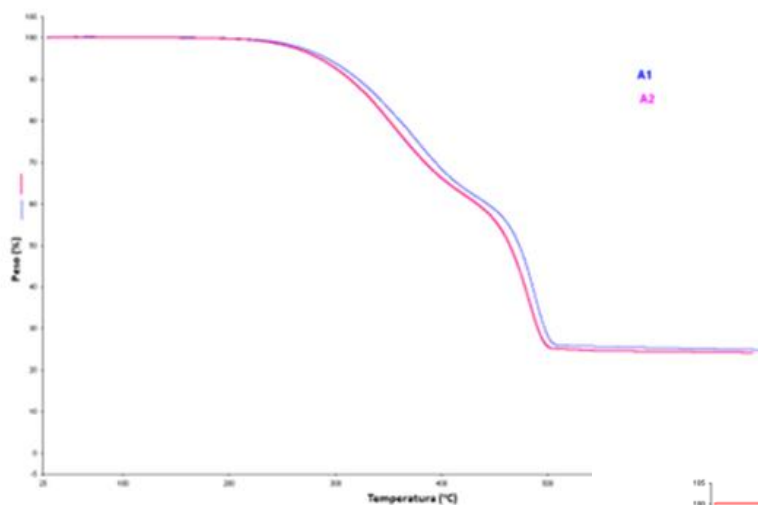
Microscópio Eletrônico de Varredura (TM3000, tabletop Microscope Hitachi High-Technologies Corporation Ano 2010, 2011, versão 02-03)

PROPORÇÕES ESPERADAS NAS AMOSTRAS FINAIS	
A1	ZR 38,4%, AE 1,6%, PEAD 26,4%, PF 33,6%
A2	ZR 38,4%, AE 1,6%, PEAD 19,8%, PEBD 6,6%, PF 33,6%
B1	ZR40%, AE4% , PF56%
B2	PEAD 44%, PF56%
B3	PEAD33%, PEBD 11%, PF56%
C1	ZR 38,4%, AE 1,6%, PEAD 60%
C2	ZR 38,4%, AE 1,6%, PEAD 48%, PEBD 12%

Amostra	Número de eventos	Ti (°C)	Ti (segundo evento) (°C)	1°. Perda (%)	2°. Perda (%)	Resíduo (%)
A1	2	165,0	433,8	34,02	41,05	24,93
A2	2	191,9	423,6	35,60	40,19	24,21
B1	1	158,6	---	45,23	---	54,77
B2	1	223,6	---	100,0	---	0,0
B3	2	201,7	434,0	50,51	49,49	0,0
C1	2	221,4	434,3	49,96	19,88	30,16
C2	2	221,9	440,2	43,99	34,81	21,20

Amostras B2 e B3 apresentam perda total da amostra a temperatura 223,6 °C e 434,0 °C, respectivamente.

Amostra C1 apresentou a proporção de zircônia residual mais próxima da proporção esperada.



Visualiza-se a degradação dos solventes empregados com e sem a presença de parafina.

Os resultados apresentados demonstram padrões semelhantes para amostras que compartilham a mesma rota de processamento. Nota-se maior similaridade de resultado entre amostras que contém a parafina, A1 e A2.

AMOSTRAS:	A1	A2	C1	C2
1° MEDIÇÃO	31.0	30.4	33.2	24.3
2° MEDIÇÃO	31.2	31.3	30.1	24.2
3° MEDIÇÃO	31.2	31.5	37.5	25.1
4° MEDIÇÃO	31.3	31.2	30.1	25.3
5° MEDIÇÃO	31.1	31.2	30.1	25.5
MÉDIA (HD):	31.16	31.12	32.2	24.88

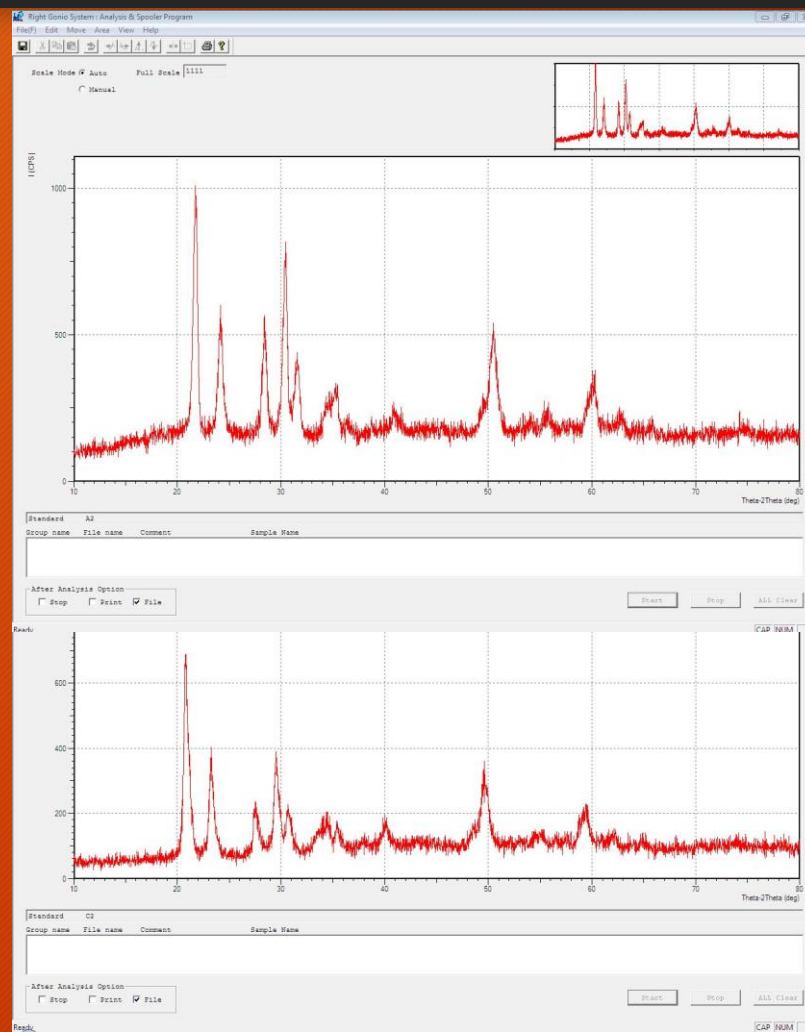
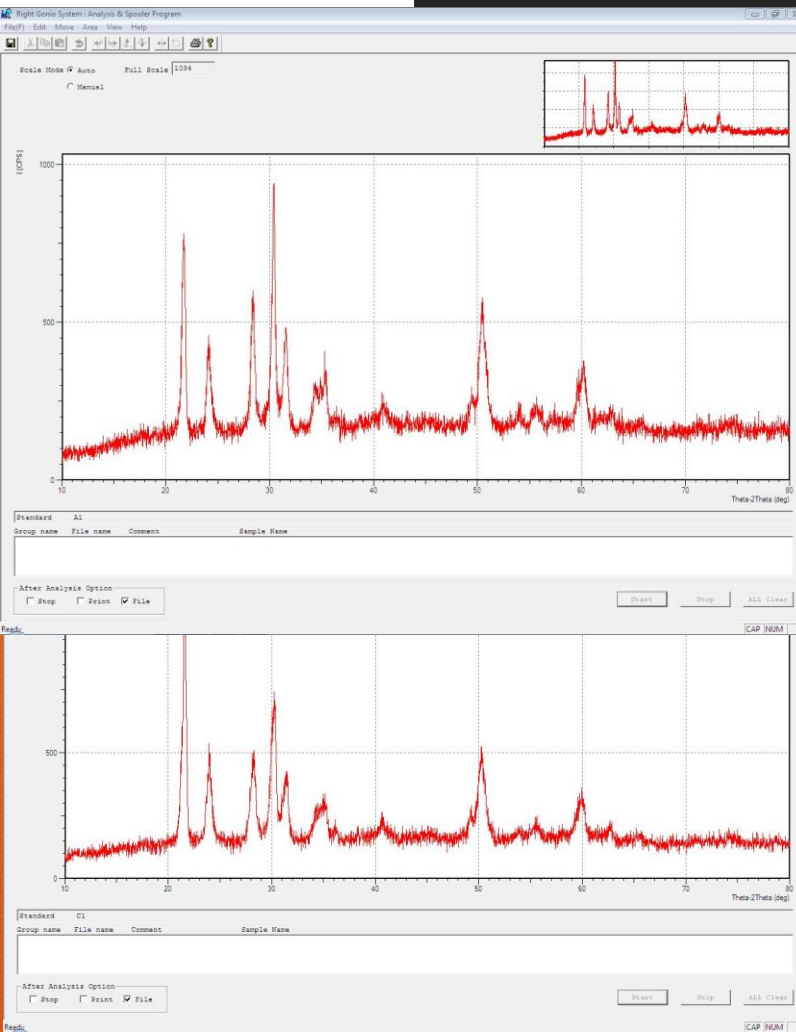
As amostras A1 e A2 apresentaram valores de dureza Shore D semelhantes.

A amostra C2 apresentou significativa redução na dureza Shore D em todas as aferições em comparação com as aferições das amostras C1, A1 e A2.

Em todas as amostras todas as aferições apresentaram-se com valores inferiores aos referidos pelo fabricante de PEAD puro, sendo de 62HD.

RESULTADOS: DIFRAÇÃO DE RADIÇÃO-X DAS AMOSTRAS

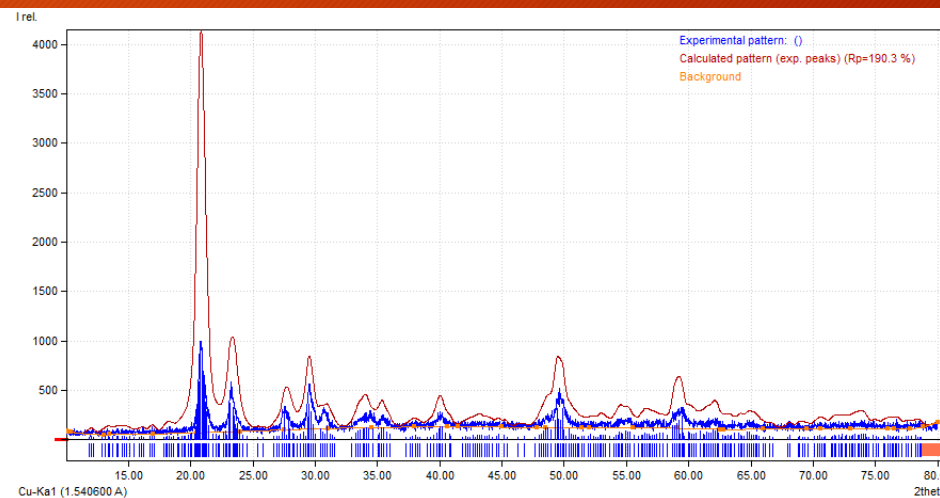
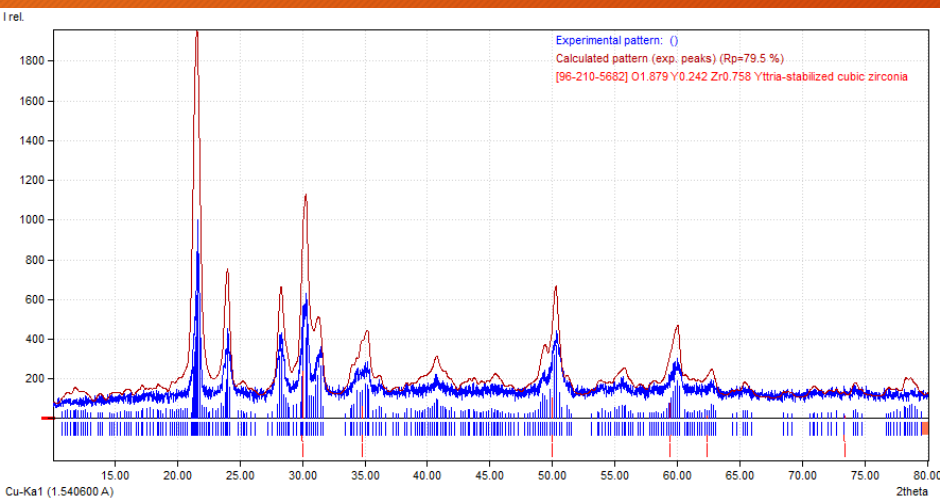
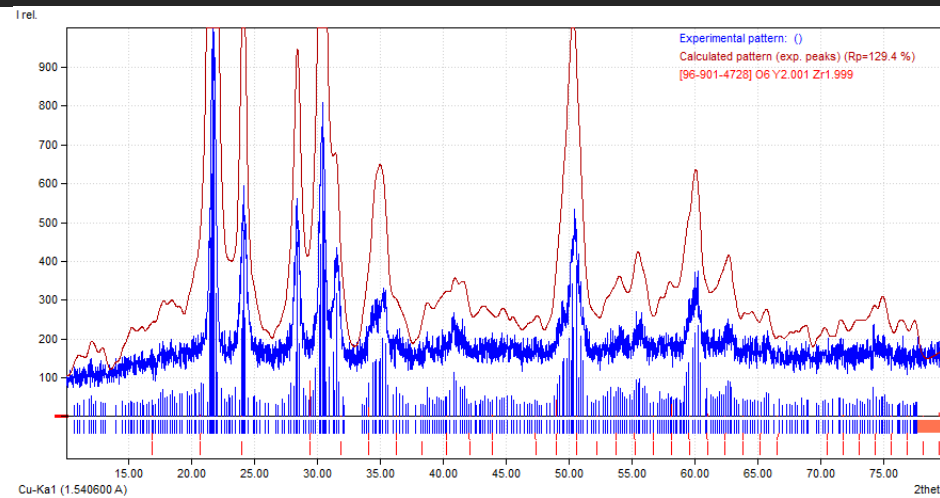
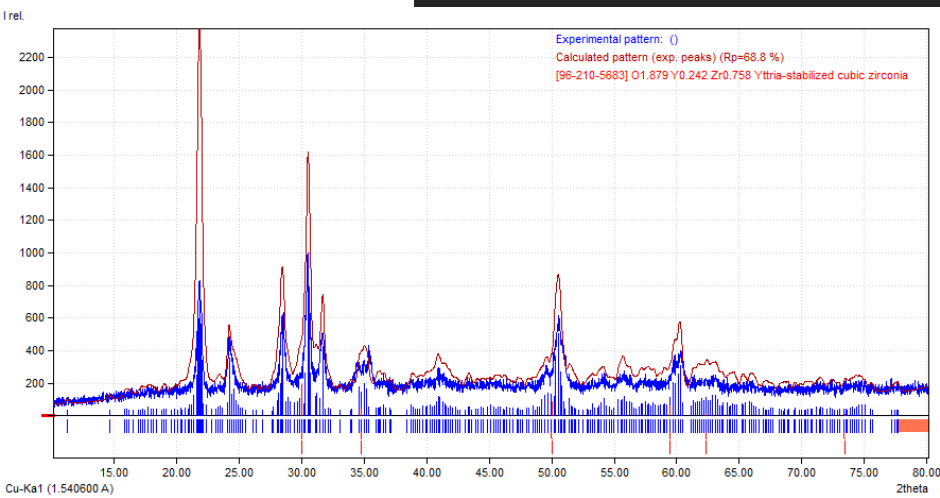
31



Os gráficos das amostras A1 e A2 demonstraram picos maiores e mais bem definidos, em comparação com os gráficos das amostras C1 e C2, tornando-se mais notório quando confrontam-se os gráficos que compartilham a composição de solventes poliméricos.

RESULTADOS: DIFRAÇÃO DE RADIÇÃO-X DAS AMOSTRAS

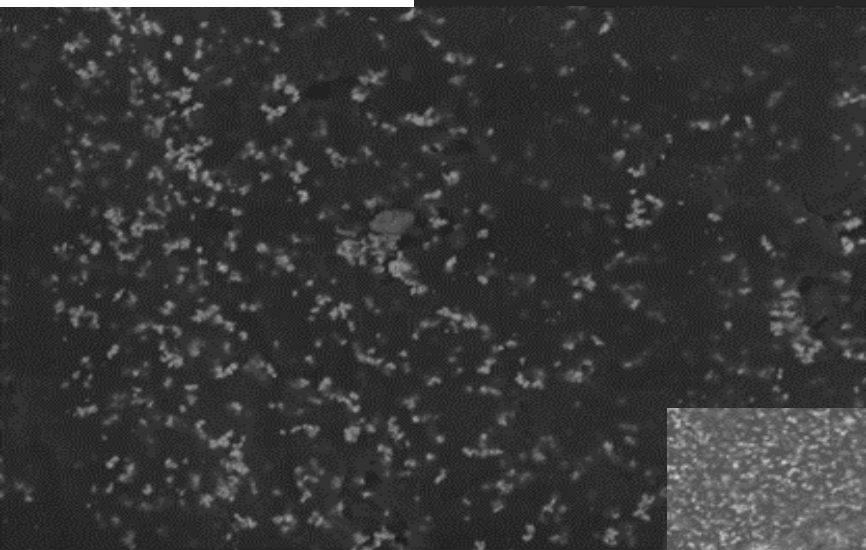
32



Nos gráficos onde eliminou-se o ruído por refinamento via *software*, tem-se que as amostras A1 e C1, apresentaram picos mais definidos e mais compatíveis com os gráficos de Y-TZP, bem como maior porcentagem de zircônia tetragonal dentre as amostras.

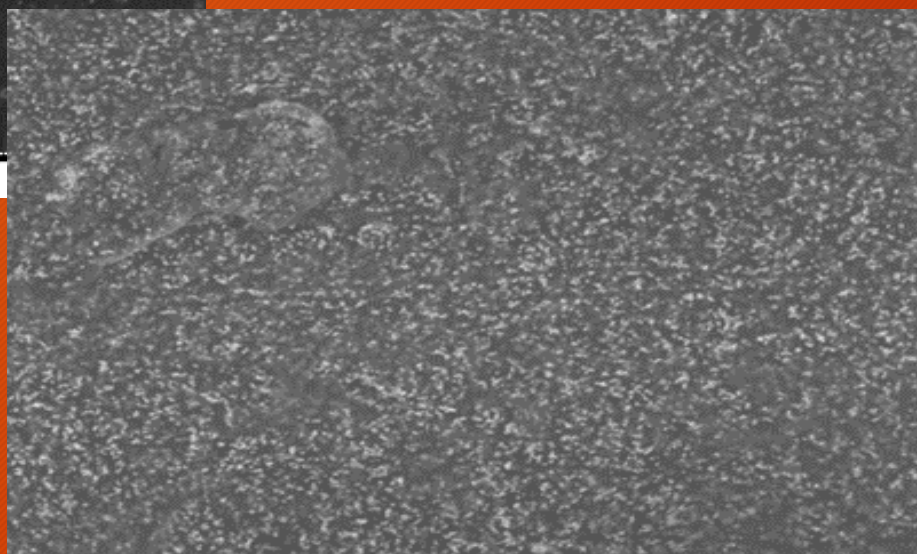
RESULTADOS: MICROSCOPIA ELETRÔNICA DAS AMOSTRAS DE ÚNICO PROCESSAMENTO

33



A1

HL D5.4



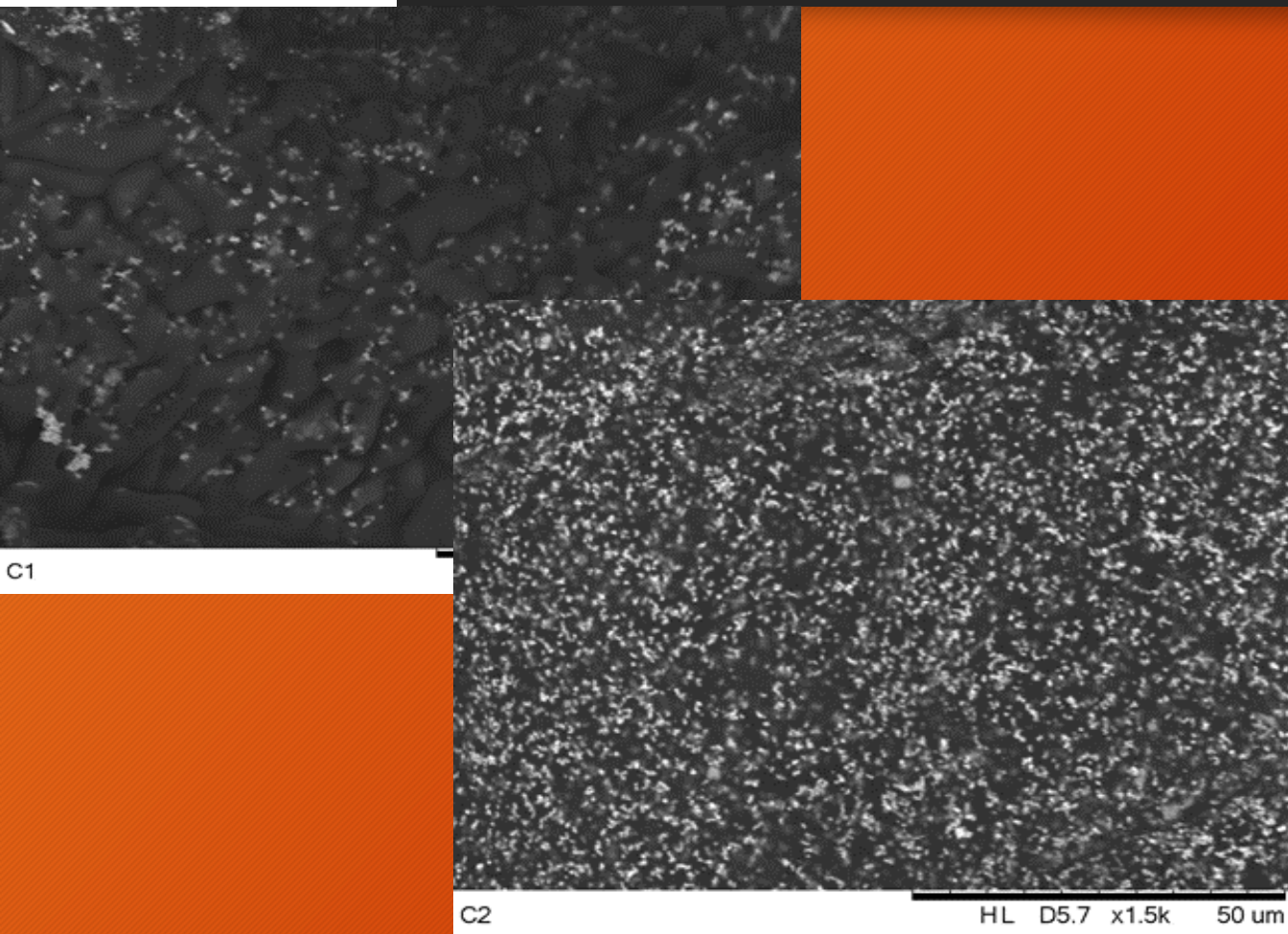
A2

HL D5.2 x1.5k 50 um

Visualizou-se maior formação de aglomerados de zircônia e poros heterogêneos nas amostras A1, em contraponto, verificou-se maior dispersão e menor formação de aglomerados de zircônia nas amostras A2.

RESULTADOS: MICROSCOPIA ELETRÔNICA DAS AMOSTRAS DE DUPLO PROCESSAMENTO

34



Visualizou-se na micrografia da amostra C1 a segregação da matriz polimérica, e em contraposição, na amostra C2, obteve-se maior dispersão da zircônia com redução na formação de aglomerados de zircônia, poros com tamanhos regulares e dispersão mais homogênea através da amostra.

- Apresentou-se no ensaio TGA que a amostra C1 manteve a proporção de zircônia residual mais próxima da proporção esperada pela mensuração inicial dos componentes, após remoção térmica dos aglutinantes.
- Demostrou-se no ensaio TGA que as pré-amostras apresentaram perda total a temperatura de 223,6 °C em B2 e a temperatura de 434,0 °C, quando a em B3.
- Verificou-se redução significativa da dureza Shore D, quando comparado os valores de referência dos solventes poliméricos, em todas as amostras (A1, A2, C1 e C2). Esta redução pode ser atribuída a introdução da parafina a blenda, e se manteve mesmo após a sua remoção.
- Verificou-se que a maior redução do valor médio da dureza Shore D foi na amostra de dupla rota de processamento onde empregou-se o PEBD associado ao PEAB (C2), considerada assim, mais favorável ao processo de moldagem por injeção.

- Verificou-se na difração de radiação-x que nas amostras com presença da parafina os picos foram maiores e mais bem definidos em comparação com as amostras sem parafina.
- Mensurou-se na difração de radiação-x após refinamento via software que as amostras que continham apenas o PEAD como solvente, A1 e C1, apresentaram maior percentagem de zircônia tetragonal.
- Apresentou-se na microscopia eletrônica de varredura que a maior dispersão e a menor formação de aglomerados de zircônia ocorreu nas amostras que continham a blenda de solventes poliméricos composta de PEAD e PEBD, A2 e C2.
- Observou-se na microscopia eletrônica de varredura uma disposição mais regular e homogênea no tamanho dos poros entre as partículas de zircônia nas amostras onde empregou-se o PEBD em associação ao PEAD como solvente.

- Realizar injeção das amostras e verificar comportamento reológico e a dispersão da zircônia na peça injetada.
- Realizar a remoção da parafina nas amostras A1 e A2, e dos solventes poliméricos em todas as amostras e em seguida reavaliar a dispersão da zircônia ao longo da peça injetada.
- Realizar ensaios mecânicos com amostras sinterizadas e comparar com os demais estudos.
- Viabilizar via de coleta para zircônia proveniente da fresagem de blocos cerâmicos pré-sinterizados a fim de empregá-la na obtenção de peças protéticas dentárias em geral pela técnica de moldagem por injeção.