



Faculdade de Odontologia de Piracicaba – Universidade Estadual de Campinas
(UNICAMP) PIBIC - Programa Institucional de Bolsas de Iniciação Científica

Efeito do tempo e protocolos pós-silanização na hidrofobicidade e resistência de união da superfície cerâmica à base de dissilicato de lítio

Autor: Marcos Tomazello Filho

Orientador: Mario Fernando de Goes

Supervisão: Carolina Garfias e Patrícia Shibasaki

Piracicaba

2020

Introdução

Na odontologia atual, com o número crescente de pessoas que procuram cada vez mais por uma estética bucal de qualidade, vem também junto com um número crescente de materiais odontológicos que consigam mimetizar um dente. Os sistemas totalmente cerâmicos podem ser divididos pelo seu conteúdo vítreo em policristalinas e vítreas.

Sua capacidade de promover uma estética, biocompatibilidade, longevidade e resistência mecânica transformou este tipo de material como um dos principais no uso da odontologia moderna, há dois princípios fundamentais para obter essa qualidade: retenção micromecânica que é obtido a partir do condicionamento ácido da ácido fluorídrico junto com o cimento resinoso e também pelo princípio da união química em que o silano promove.

Uma parte da composição do silano permite ligar ao grupo hidroxila na superfície da cerâmica e a outra parte permite se ligar ao cimento resinoso, silanos podem ser divididos em um frasco, ou seja, pré-hidrolisado tendo como vantagem a facilidade de aplicação mas com desvantagem no tempo de vida útil e também silanos de dois frascos, com um frasco contendo silano não hidrolisado dissolvido em etanol e outro frasco contendo ácido acético, essa divisão em dois frascos permite um maior tempo de vida útil do silano.

Osilano deve ser aplicado e deixado um tempo para uma evaporação completa dos solvente e subprodutos da reação, a grande parte dos fabricantes recomenda 1 minuto de tempo após a sua aplicação, estudos mostraram que um maior tempo de aplicação não interfere na resistência de união, mas tempos menores não há estudos sobre sua eficácia, com tempo menor de aplicação pode haver menor chance de contaminação e redução de tempo clínico.

Outro fator importante é o protocolo de pós-silanização, fabricantes recomendam ar comprimido, neste estudo também utilizou a lavagem com secagem e também o uso de ar quente como protocolo de pós-silanização, mesmo a utilização de ar quente apresenta uma melhora na resistência de união, esse método ainda não tem um consenso e estudos sobre esses protocolos são escassos.

Este estudo teve como objetivo avaliar diferentes tempos pós aplicação do silano e protocolos para a remoção dos solventes influenciam na energia livre de superfície e na resistência de união ao cisalhamento. As hipóteses nulas testadas neste estudo foram: (1) não há diferenças significativas no ângulo de contato da superfície da cerâmica com diferentes tempos de espera e protocolos pós-silanização; (2) os diferentes tempos de espera e protocolos pós-silanização não influenciam na resistência de união.

Materiais e Metodos

Foram utilizados blocos para usinagem (CAD-CAM) de uma cerâmica a base de dissilicato de lítio para produzir 90 placas com tamanho de 10 x 6 x 2mm a partir do corte com um disco diamantado e depois lixadas com com carbetto de silício com granulação de #600 e # 1200 com uma politriz sob refrigeração constante, lavadas em ultrassom, secadas, condicionadas, lavagem no ultrassom e secadas novamente.

As placas foram divididas em 9 grupos como consta na Figura 1.

Após o protocolo de silanização ocorreu o procedimento de cimentação, foram utilizados moldes de elastomero com 6 orifícios em forma de cilindro com 1mm de diâmetro e 1mm de altura onde foram preenchidos com cimento resinoso, foi aplicado uma força vertical de 250g por 1 minuto e fotoativada por 40 segundos, após o procedimento os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 24 horas.

Após o armazenamento, os elastômeros foram removidos com uma lâmina de bisturi e os cilindros de cimento resinoso foram analisados em um microscópio óptico com aumento de 40x para analisar e remover qualquer irregularidade ou poros. Os 90 espécimes foram colocadas e posicionadas em uma máquina de ensaios universal com um fio de aço na base do cilindro, a carga utilizada foi de 50N com uma velocidade de 0,5mm/min até a falha para que possa calcular a resistência de união ao cisalhamento.

Para analisar o modo de falha, os espécimes fraturados foram colocados em stubs de alumínio e foram cobertas por ouro, com o auxílio microscópio eletrônico de varredura foi possibilitado analisar os padrões de fraturas.

Por último foi analisado o ângulo de contato com a água com outras 90 placas do mesmo material como foi descrito anteriormente. Com o auxílio de uma seringa foi depositada uma gota de água deionizada de 5µL sobre a superfície da cerâmica e após 5 segundos com a ajuda de um goniômetro foi possível calcular o ângulo de contato estático (Figura 2), cada placa houve 2 medições.

Grupos	Tempo de aplicação do silano	Protocolo de pós-silanização
1	10 segundos	secagem com jatos de ar por 5 segundos
2	10 segundos	lavagem com água por 10 segundos e secagem por 30 segundos
3	10 segundos	secagem com ar quente por 20 segundos
4	30 segundos	secagem com jatos de ar por 5 segundos
5	30 segundos	lavagem com água por 10 segundos e secagem por 30 segundos
6	30 segundos	secagem com ar quente por 20 segundos
7	60 segundos	secagem com jatos de ar por 5 segundos
8	60 segundos	lavagem com água por 10 segundos e secagem por 30 segundos
9	60 segundos	secagem com ar quente por 20 segundos



Figura 2. Medição do ângulo de contato da água deionizada por um goniômetro

Figura 1. Grupos experimentais de acordo com o tempo de silanização e protocolo pós-silanização

Resultados

Não houve diferenças significativas nos resultados dos testes sobre ângulo de contato (Figura 3). Nos testes sobre protocolos de silanização, assim mostrado na Figura 4, teve resultados significativos na resistência ao cisalhamento quando comparado com secagem com ar comprimido, lavagem e a utilização de ar quente.

Na resistência de união ocorreu diferença no resultado de 10 segundos, onde a secagem por 5 segundos com ar comprimido apresentou resultado inferior em comparação com a lavagem com secagem e ar quente, porem, nos testes de 30 e 60 segundos os valores não foram diferentes estatisticamente.

No teste sobre prévalência de falhas, assim mostrado na Figura 5, não ocorreu diferenças nos padrões de fratura quando o silano foi aplicado por 30 ou 60 segundos onde ocorreu a prevalência de falha coesiva do cimento resinoso, independente no protocolo de secagem após a sua aplicação, seja com ar comprimido, lavagem ou ar quente. Apenas no tempo de 10 segundos ocorreu falha adesiva entre a cerâmica e o cimento resinoso independente do protocolo de silanização, mas, na secagem com ar comprimido produziu próximo a 60% do padrão de fratura adesiva entre a cerâmica e o cimento resinoso, enquanto que na lavagem com secagem foi próximo a 40% e na utilização de ar quente foi menos de 10%.

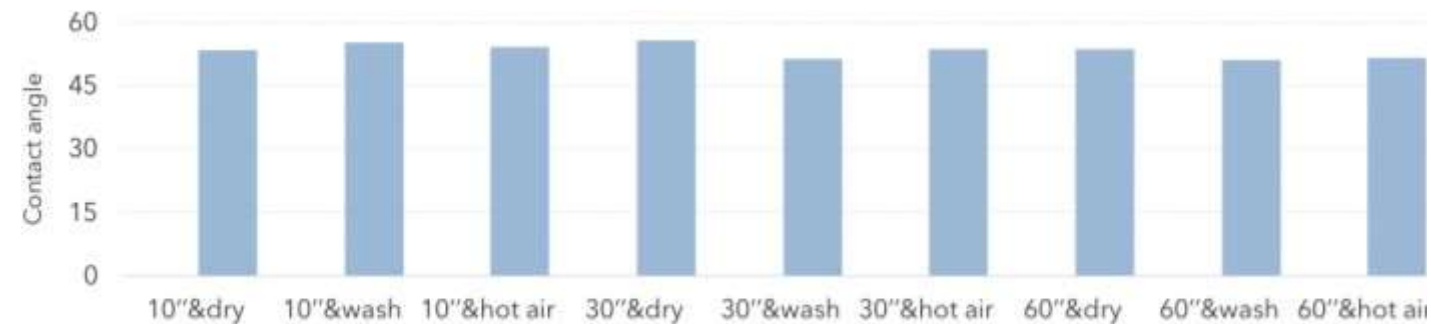


Figure 3. Contact angle from all experimental groups, showing no difference between them.

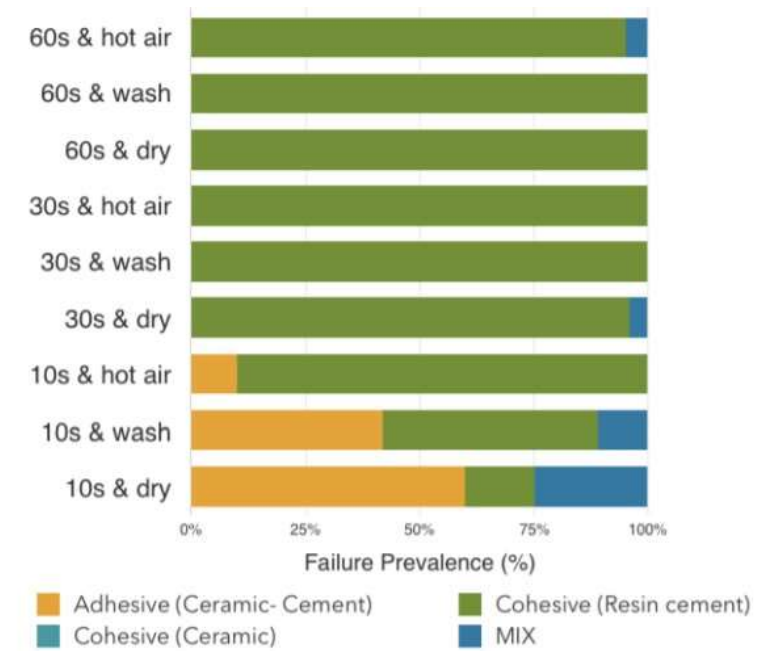


Figure 5. Failure mode prevalence from all experimental groups.

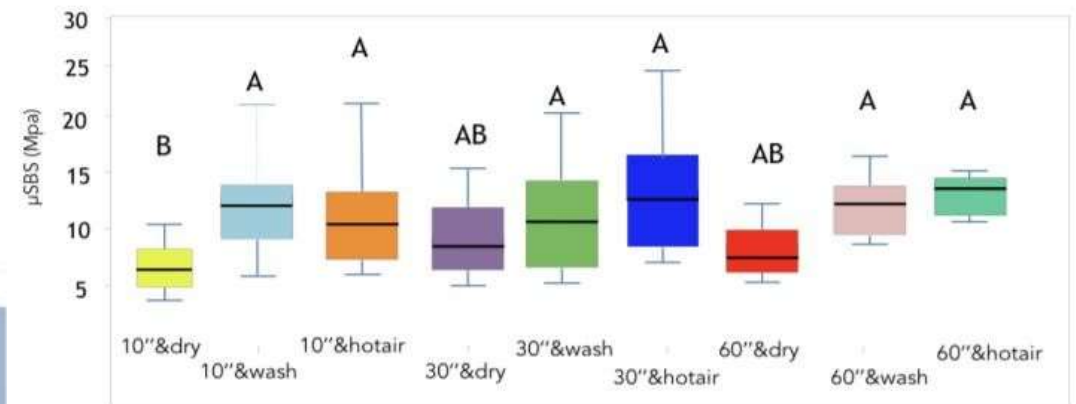


Figure 4. Valores de resistência de união de todos os grupos experimentais comparados estatisticamente pelo teste de Mann-Whitney com correção de Bonferroni ($\alpha= 0.05$). Letras maiúsculas iguais significam não haver diferenças estatísticas entre os grupos ($p \geq 0,05$).

Discussão

Com os resultados pode-se afirmar que a hipótese (1) foi aceita, no caso da resistência ao cisalhamento a hipótese (2) foi aceita nos casos de 30 e 60 segundos, indicando que protocolos pós silanização não influenciam na resistência ao cisalhamento, enquanto que no tempo de 10 segundos ela foi rejeitada.

A energia de superfície é dependente da rugosidade, hidrofiliabilidade/hidrofobicidade e composição química da cerâmica, esses fatores permitem um melhor espalhamento do silano na superfície da cerâmica, nesse substrato é alta pela sua composição química pelo fator dos átomos externos não são igualmente atraídos em todas as direções, o condicionamento ácido pelo ácido fluorídrico permite também o aumento da energia livre de superfície pelo fato do ácido remover algumas impurezas, criar rugosidades e dissolver parcialmente a matriz vítrea.

Neste estudo foi utilizado apenas um silano de frasco único, ficou evidente que a energia livre de superfície não se altera com tempos diferentes e protocolos de pós-silanização. A superfície da cerâmica contém um grande número de moléculas do grupo hidroxil, o que torna ela hidrofílica, com a reação do silano com os grupos hidroxil na superfície da cerâmica foi capaz de formar uma camada hidrofóbica ramificada.

Graças a formação dessa camada hidrofóbica ramificada, foi permitido uma maior estabilidade hidrolítica dessa camada e ajudou também na penetração do cimento resinoso, que também é hidrofóbico, nas microporosidades para promover uma melhor retenção mecânica.

Mesmo que, a energia livre de superfície não tenha sido alterada pelo silano em diferentes tempos e protocolos pós-silanização, ficou evidente que o tempo de aplicação do silano, junto com 5 segundos de jato de ar no qual o fabricante recomendou mostrou ser o pior resultado na resistência ao cisalhamento, o possível motivo para esse resultado é pelo fato do silano conter uma grande concentração de água e o tempo de secagem foi insuficiente para transformar a porção hidrofílica em hidrofóbica.

Por fim, os resultados do experimento demonstrou que para atingirmos uma união efetiva e durável é dependente de vários fatores, como, o protocolo de pós-silanização onde usar a lavagem seguido da secagem da superfície ou utilizar o ar quente por 30 segundos, para criarmos uma camada de silano mais efetiva a fim de obter um melhor escoamento para o cimento resinoso.

Conclusão:

- 1 Não ocorreu alteração na energia livre de superfície produzida pela camada de silano nos tempos de 10, 30 e 60 segundos.
- 2 Lavar e secar ou o uso do ar quente podem ser utilizados como protocolo de pós-silanização para obter uma melhor resistência ao cisalhamento.