

PROYECTO:
**“Vitrocerámicos de uso
odontológico”**
INFORME FINAL

Director:

Od. Alejandro Luis Fernández

Co Director:

Dr. Miguel Oscar Prado

Equipo:

**Barreiro, Marta; Guraya, Mónica; Rodríguez, Diego Sebastián; Platero,
Carlos; Donna, María Gabriela.**

VITROCERÁMICAS DE USO ODONTOLÓGICO

1) Introducción:

Los materiales cerámicos son el resultado de la reacción entre elementos metálicos y no metálicos, que pueden tener distintas características según el tipo de uniones químicas con que se relacionan dichos elementos y la estructura que los mismos formen.

Los yesos y los cementos dentales son materiales cerámicos que se caracterizan por presentar uniones de tipo iónica y estructura constituida por núcleos en una matriz amorfa.

Por otro lado, la presencia de uniones covalentes y la mezcla de estructura cristalina con estructura vítrea, han dado lugar a las porcelanas de uso odontológico, que desde la década de 1960 han pasado por una notable evolución. Y hablamos en plural porque no es una, sino son varios los tipos de porcelana que hoy disponemos, desde la porcelana convencional hasta los actuales núcleos de circonia.

Podríamos decir, a modo general, que la porcelana de uso odontológico tiene las siguientes características o propiedades.

- Bajo coeficiente de variación dimensional térmica.
- Translucidez.
- Rigidez.
- Fragilidad.
- Alta resistencia compresiva.
- Baja resistencia a la tracción.

Decimos a modo general, porque en cualquier libro de Materiales Dentales que comienza hablando de porcelana, se plantean estas propiedades como características de las mismas; pero ello no es tan así en la actualidad, debido principalmente, a que las propiedades mencionadas son más descriptivas de la porcelana convencional que de otras que hoy disponemos para seleccionar en diversos tratamientos restauradores y/o rehabilitados.

En la actualidad, y por diversas razones, los pacientes que concurren a nuestra consulta prefieren no tener elementos metálicos en su boca, y hoy estamos en condiciones de satisfacer dicha demanda. Hasta no hace muchos años, sólo podíamos ofrecer restauraciones de inserción rígida color dentario cuando estaban apoyadas sobre una estructura metálica (núcleo) o sobre tejido dentario (inlays y carillas). Esto era lógico porque sólo contábamos con porcelanas feldespáticas convencionales que tienen muy buena translucidez, elevado módulo elástico pero escasa o nula deformación permanente, lo que se traduce como fragilidad, característica de este tipo de material.

Estas propiedades de las porcelanas convencionales se deben fundamentalmente a que su estructura es amorfa (propias de un vidrio feldespático) con algunos cristales de cuarzo que refuerzan la estructura (matriz vítrea con cristales dispersos).

Si se quiere aumentar la resistencia de estos materiales, se debe aumentar la cantidad y la calidad de los cristales, lo que se traduce en una disminución de la translucidez (a medida que se mejoran las propiedades mecánicas, se perjudican las ópticas y viceversa).

Teniendo en cuenta lo expresado se observó que si se lograban núcleos más resistentes, sería posible recubrirlos con una porcelana feldespática, evitando el empleo de materiales metálicos para la confección del mencionado núcleo, transformándose en la alternativa libre de metal para muchos casos en donde el factor estético es de fundamental importancia (Figura 1)

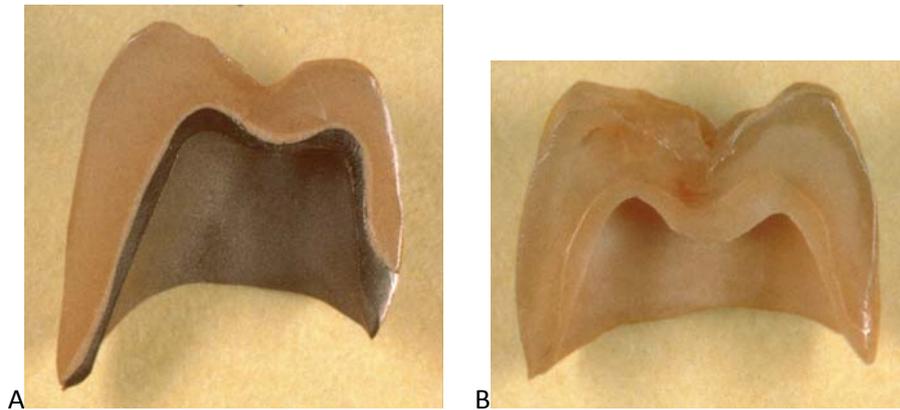


Figura 1: Corte longitudinal de restauraciones cerámicas con núcleo metálico(A) y con núcleo cerámico (B).

En este proyecto interviene un equipo multidisciplinario que abarca odontólogos, doctores en física y especialistas en materiales. Gracias a ello se han podido realizar varios trabajos que intentaremos explicar en este informe.

En los años 60, hubo un salto cualitativo en las restauraciones dentales cerámicas a partir de la patente de Weinstein et al (1962) proponiendo el sistema leucita-vidrio feldespático para las restauraciones de porcelana. A pesar de los avances registrados, se pueden introducir mejoras que pueden superar las propiedades mecánicas. Por ello, uno de los objetivos originales en este proyecto fue desarrollar restauraciones cerámicas (dentinas leucita – vidrio feldespático) donde se minimicen las fracturas leucita – matriz, con el fin de mejorar la tenacidad a la fractura de las mismas (Figura 2). Para ello se propuso buscar procesos térmicos convenientes de nucleación – crecimiento que permitan eliminar estos inconvenientes o reducirlos en forma considerable.

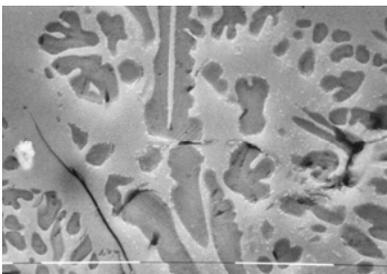


Figura 2: Fotografía al MEB en donde pueden observarse la fase vítrea y los cristales de leucita. Nótese la presencia de una fisura en la fase vítrea, que al expandirse puede romper el material.

Otro de los problemas importantes de las restauraciones dentales rígidas con materiales cerámicos es la adhesión del cemento polimérico a los núcleos construidos con alúmina o circonia, que a diferencia de las porcelanas feldespática, no se los trata con ácido fluorhídrico para realizar en ellos micro retenciones en las que se pueda quedar trabado el polímero al cambiar de estado, simplemente porque este procedimiento no genera ningún beneficio sobre materiales cerámicos de tan denso contenido cristalino. En la bibliografía se describen algunos procedimientos para superar este inconveniente, pero ninguno de ellos ha podido solucionar completamente o requieren de procedimientos caros y/o complicados para el clínico o el laboratorio (Figura 3).

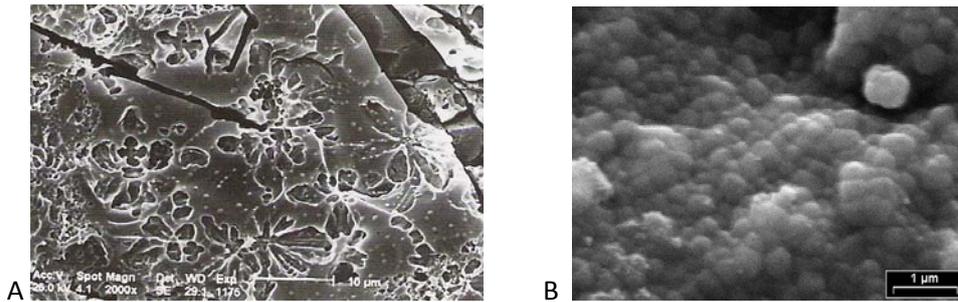


Figura 3: Se pueden observar dos superficies cerámicas distintas. En A la superficie de una porcelana feldespática tratada con ácido fluorhídrico y en B la superficie de una porcelana aluminica infiltrada con vidrio. Nótese que la porcelana feldespática presenta gran número de irregularidades capaces de trabar al cemento una vez polimerizado.

Teniendo en cuenta este problema clínico el segundo objetivo fue buscar algún mecanismo que mejore la unión entre ambos materiales, que sea sencillo y además que sea económico.

Si bien en un principio se trabajó muy intensamente en el primer objetivo, los resultados que se fueron obteniendo con el segundo, nos llevaron a dirigir todos nuestros esfuerzos a mejorar el mecanismo de unión de un cemento polimérico a alúmina y circonia. Por tal motivo, a continuación describiremos los trabajos realizados y las conclusiones a las que arribamos hasta el momento.

2) Trabajos Realizados durante el desarrollo del proyecto:

Preparación de un vidrio:

Una de los primeros procedimientos realizados fue intentar la búsqueda de un vidrio que pudiera cumplir con el objetivo planteado de incrementar las propiedades mecánicas minimizando las fracturas leucita –matriz.

Para ello se buscó en la bibliografía las composiciones posibles que se pudieran emplear, y en tal sentido se utilizó la publicada en Dent Mat (2005)21:811-822:

- Si_2O 64,2% en peso.
- Al_2O_3 16,1%.
- K_2O 10,9%.

- Na₂O 4,3%.
- CaO 1,7%

El proceso consistió en la fundición de estos elementos en un crisol de platino a 1.620°C durante 3 horas para obtener 100 gramos de vidrio. Los resultados obtenidos de esta fundición no fueron buenos, ya que dichos componentes no se terminaron de fundir como se puede ver en la Figura 4, en donde se observa el crisol con su contenido recién sacado del horno.



Figura 4: Polvo que terminó de fundirse a 1.620°C.

Propiedades mecánicas:

Otros trabajos realizados corresponden al estudio de las propiedades mecánicas de vidrios feldespáticos y vidrio con leucita, este trabajo fue presentado en SAIO 2007 por Dra. Marta Barreiro.

En el mismo se evaluó el efecto del tipo de microfisuras y los cambios estructurales en el comportamiento mecánico de una porcelana feldespática sometida a distintos tratamientos térmicos. Se utilizó una porcelana feldespática comercial (dentina Ceramco) para obtener discos de 15 mm de diámetro por 4 mm de espesor. Durante el sinterizado las muestras fueron sometidas a tratamientos isotérmicos a 900°C durante 10 minutos, 1 hora y 24 horas. Las superficies de los discos así preparadas se pulieron con abrasivos de diamante hasta de 1µm. Para revelar las fases presentes se atacaron químicamente con una solución acuosa de ácido fluorhídrico al 1%.

Posteriormente se realizaron observaciones con microscopía óptica de reflexión (MOR) y con microscopio electrónico de barrido (MEB). También se realizó un análisis de la composición del vidrio por espectrometría dispersiva de energía (EDS).

Las fases observadas fueron: cristales de leucita y vidrio feldespático cuando las muestras fueron sometidas a un tratamiento isotérmico de 900°C durante 10 minutos; leucita-vidrio y cristales de feldespato, cuando el mismo tratamiento se aplicó durante 1 hora; y vidrio- cristales de feldespato en el caso del tratamiento durante 24 horas. Se

encontraron dos tipos de microfisuras: 1) microfisuras leucita- matriz vítrea y 2) microfisuras dentro de las partículas cristalinas. El primer tipo de microfisura es esperable debido a la diferencia de coeficiente de expansión térmica de las fases, el segundo tipo es mas sorprendente y puede originarse en las tensiones transmitidas al interior del cristal durante el enfriamiento del compuesto vidrio-cristal o por una transformación de fase sufrida por la fracción cristalina (figura 5, 6 y 7).

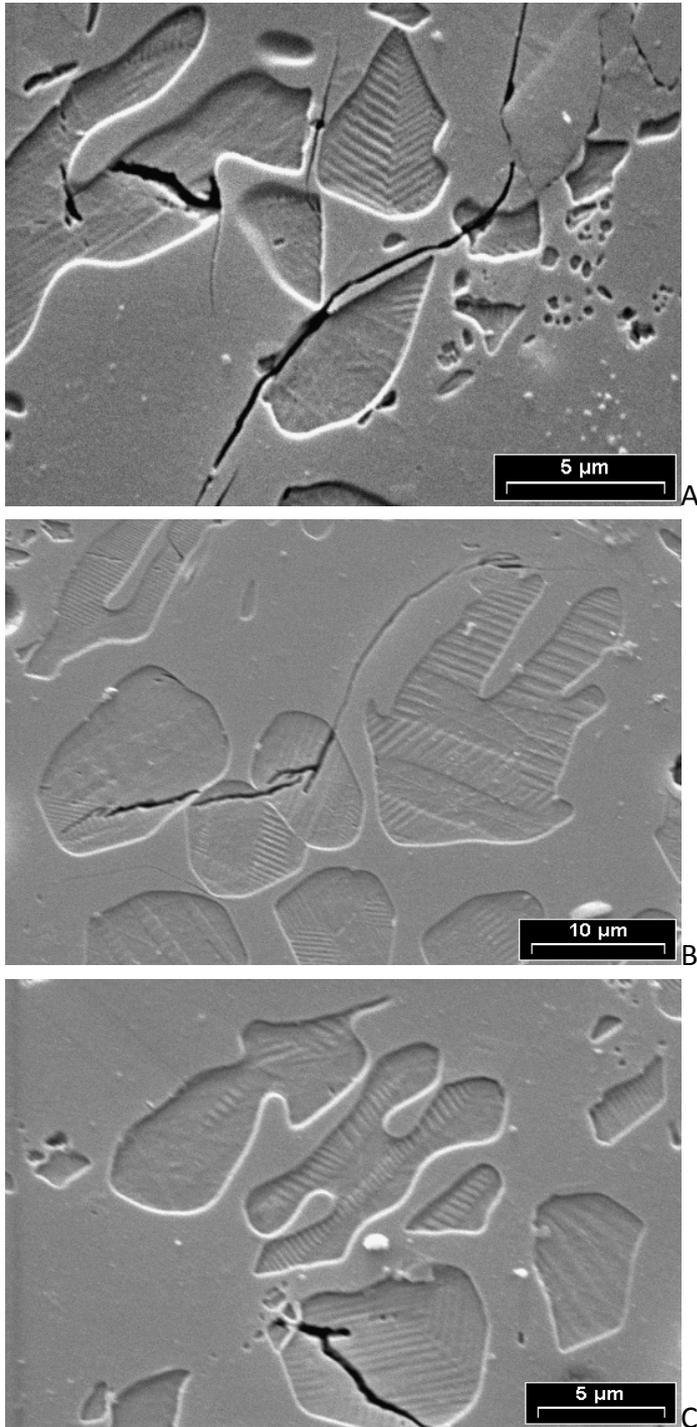
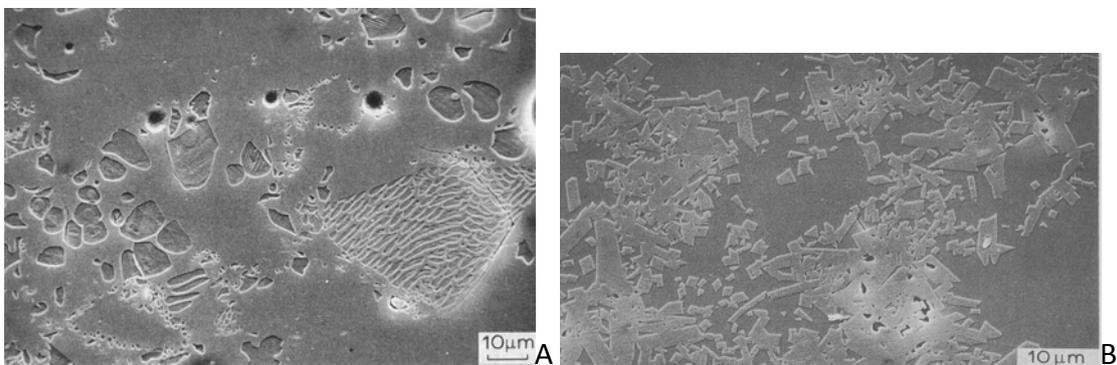
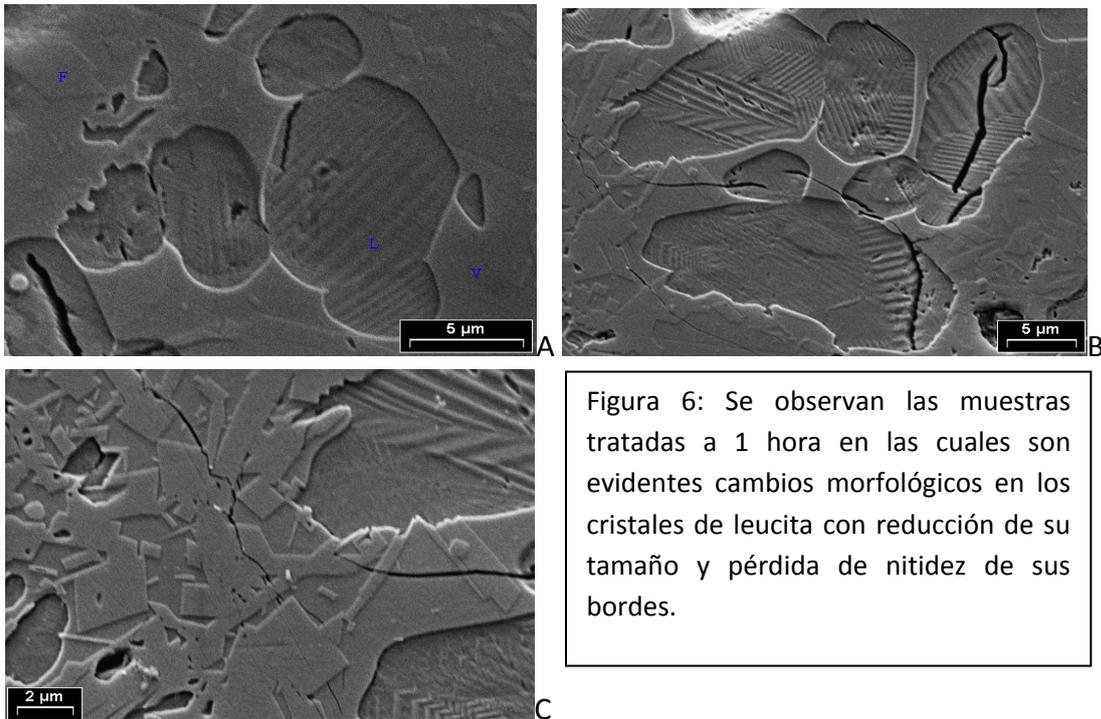


Figura 5: Se pueden observar el comportamiento de las microfisuras cuando el tratamiento isotérmico fue de 10 minutos. En A y B se observan fisuras de leucita –

matriz vítrea, mientras que en C es posible diferenciar una fisura que atraviesa la partícula cristalina.



Estas mismas observaciones fueron realizadas al microscopio óptico de reflexión, en donde se compararon los tiempos máximos y mínimos del tratamiento térmico (Figura 8), originando microestructuras extremas.

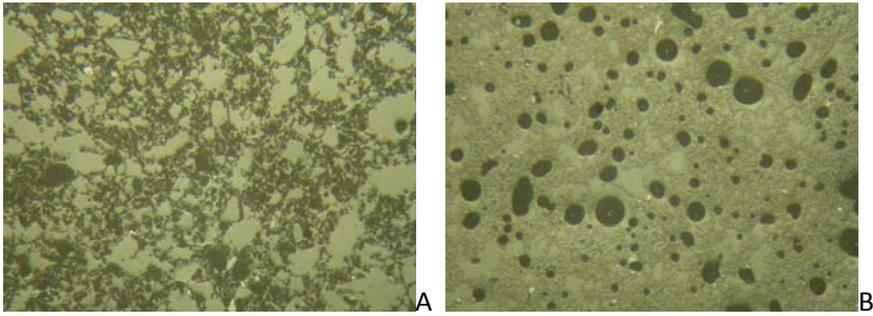


Figura 8: En ambos casos el ancho de las fotos es de 900 μm . En A las regiones blancas corresponden a la matriz vítrea del compuesto vidrio – leucita. Se observan cristales de leucita (más oscuros que la matriz). La porosidad es muy baja. En B se observa que la fracción vítrea del obtenido vidrio – feldespato, es mucho menor que en el caso anterior. La fracción cristalina avanzó como feldespato. La porosidad es muy alta, esto se debe que cuando la matriz vítrea se transforma a cristal (feldespato) la solubilidad de los gases en la fase cristalina es menor que en la fase vítrea que le dio origen.

Los resultados del análisis con EDAX son mostrados en las figuras 9, 10 y 11.

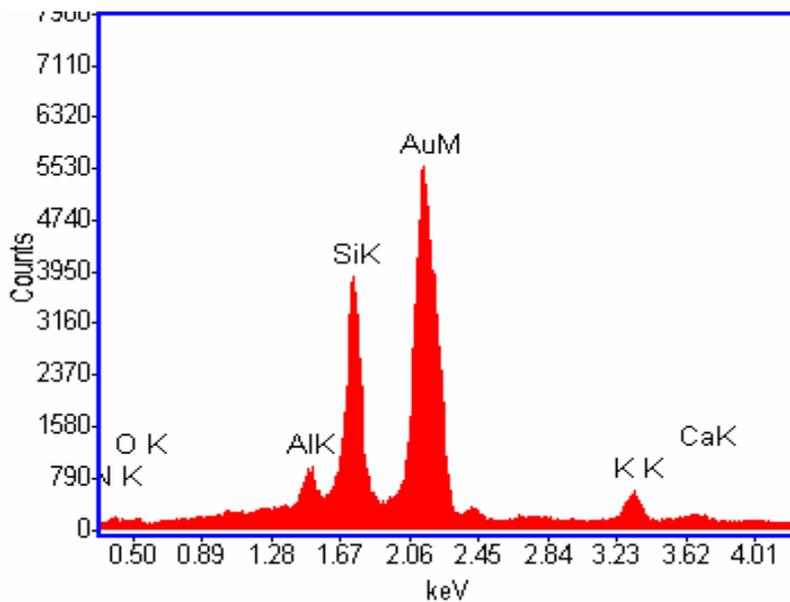


Figura 9: EDS del vidrio.

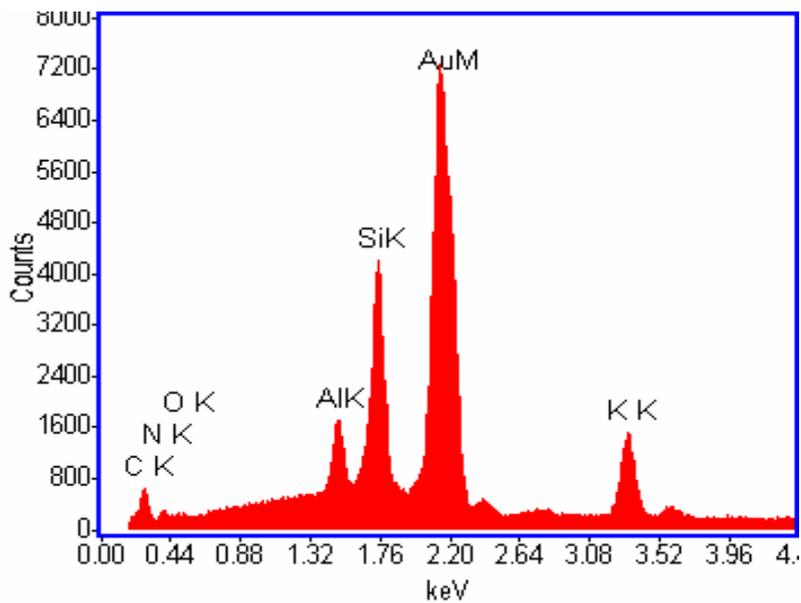


Figura 10: EDS de la fase leucita.

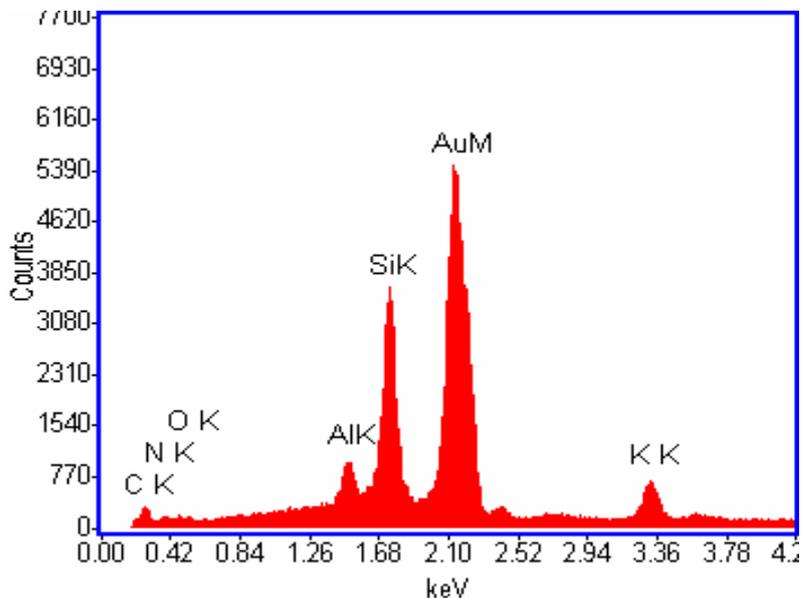


Figura 11: EDS del cristal de feldespato.

La microdureza de las distintas fases presentes en cada muestra fue determinada mediante indentaciones Vickers utilizando un microdurómetro marca MDK-HO Mitutoyo. Se utilizaron cargas progresivas de 10grs, 100grs, 200grs, 300grs, 500grs y 1kgr, aplicadas durante 10seg. . Las fases observadas fueron: cristales de leucita y vidrio feldespático en las muestras con tratamiento térmico de 10 minutos, leucita-vidrio; cristales de feldespato en las muestras tratadas 1 hora, y vidrio- cristales de feldespato en las muestras tratadas 24 horas. Se presentan resultados preliminares de valores de microdureza en las matrices vítreas. Los valores obtenidos a las distintas cargas son 488 (\pm)VH para 100grs, 570VH para 200grs, 542VH para 500grs y 524

para 1kgr. A 300grs se obtuvieron valores de 543VH en el vidrio y 645VH en los cristales (Figuras 12, 13 y 14).

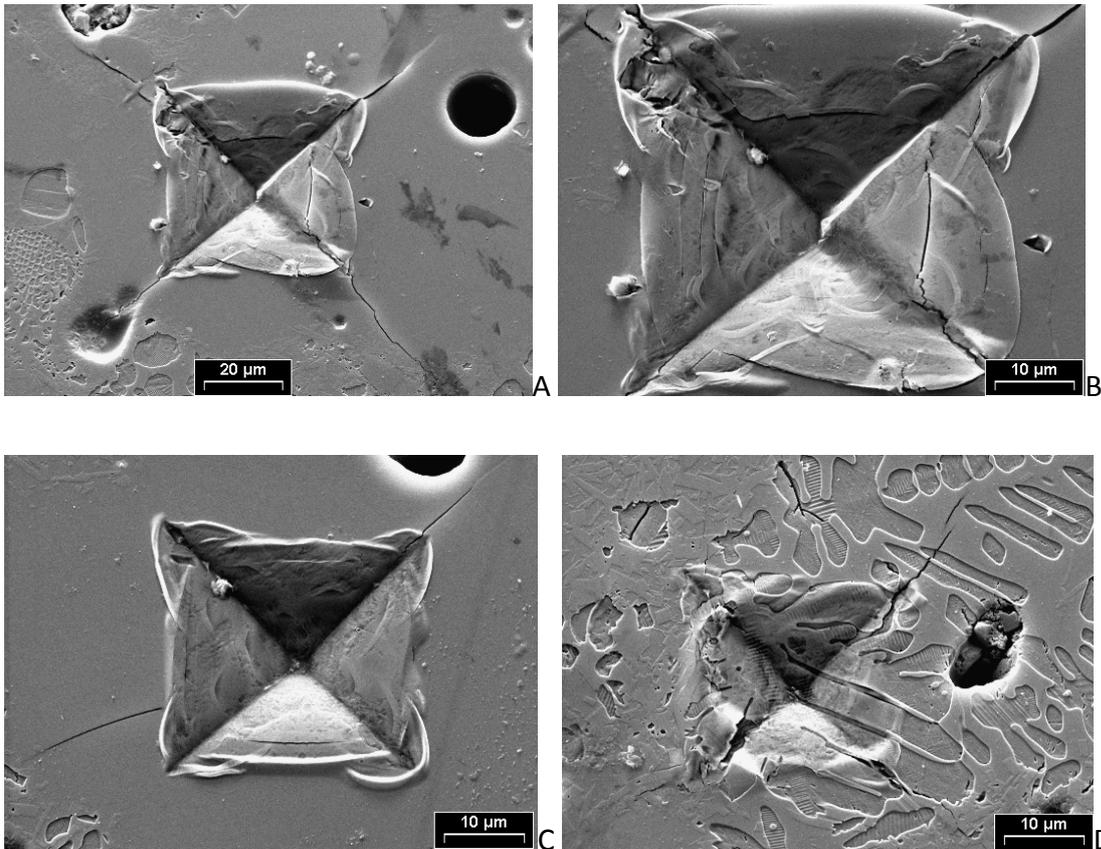


Figura 12: En esta figura se muestran las indentaciones Vickers producidas por el microdurómetro en feldespato (A y B), vidrio (C) y leucita (D) en las muestras tratadas a 900°C durante 1 hora.

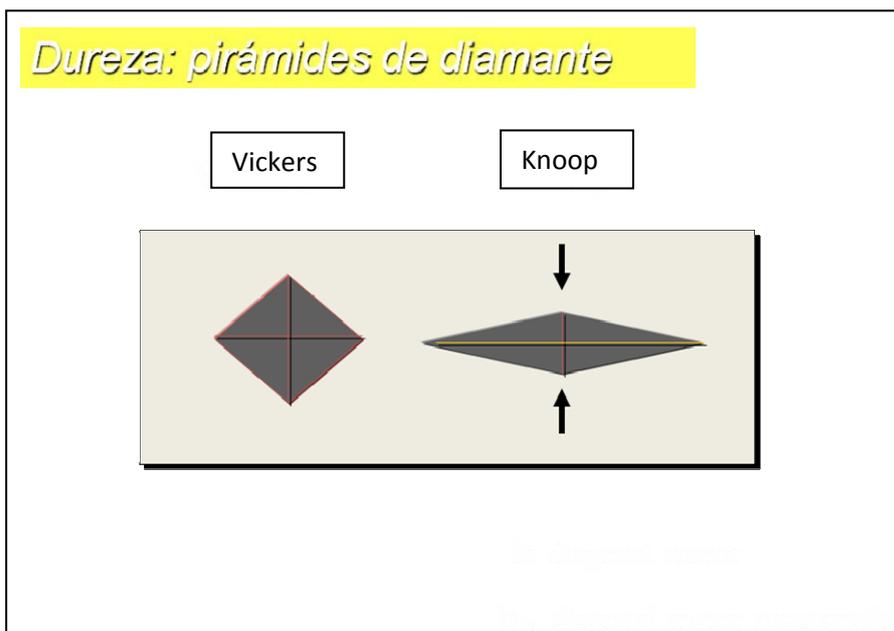


Figura 13: Esquema en el que se diferencian las pirámides de dureza Vickers de la Knoop.

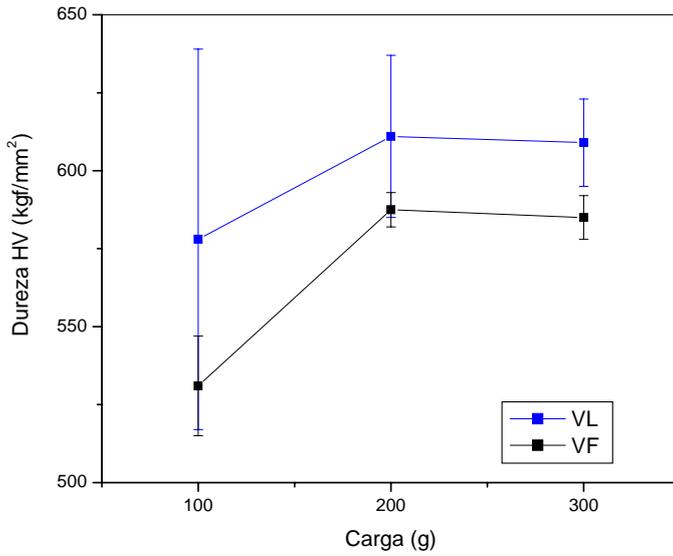


Figura 13: La dureza Vickers en ambas matrices vítreas a diferentes cargas. VL (vidrio – leucita) es sensiblemente más dura que VF (vidrio – feldespat). Esto influirá en la determinación del módulo de Young de ambas fases.

La determinación de la probabilidad de fractura se realizó de la siguiente manera: se realizaron alrededor de 5 indentaciones a cada carga y se contó el número de fisuras generadas. El cociente del número de fisuras encontradas por el máximo posible nos da la probabilidad de fractura que se puede observar en la figura 14. Vemos que cargas mayores de 300 g la probabilidad de fractura es menor para VL (vidrio – leucita). La carga de probabilidad de fractura 0,5, es similar en ambas matrices y es = 210 g.

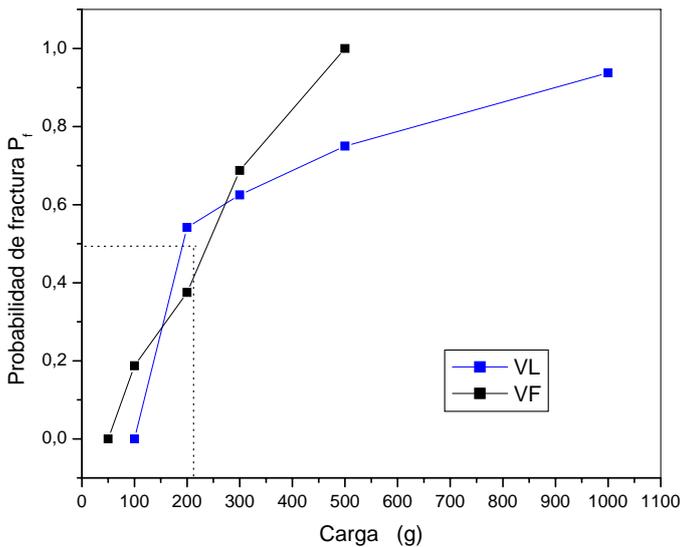


Figura 14: Probabilidad de fractura de ambas matrices.

La longitud de las fisuras es sensiblemente menor en VL (vidrio – leucita), esto indica una mayor tenacidad de VL (vidrio – leucita) comparada con VF (vidrio – feldespatos). En otras palabras es más difícil para las fisuras propagarse en VL (vidrio – leucita). Estas observaciones están graficadas en la figura 15.

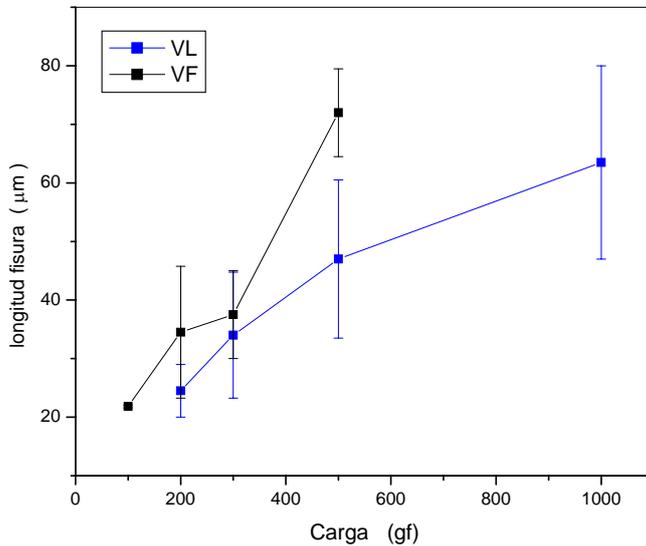


Figura 15: Longitud de las fracturas. Se observa mayor tenacidad en VL (vidrio – leucita).

Además se realizaron indentaciones Knoop (Figura 13) a diferentes cargas en VL (vidrio – leucita) y VF (vidrio – feldespatos). Se graficó el cociente al cuadrado de: (diagonal menor medida)/ (diagonal menor calculada si no hubiese componente elástica). Obteniéndose 0.71 para VF y 0.94 para VL (figura 16).

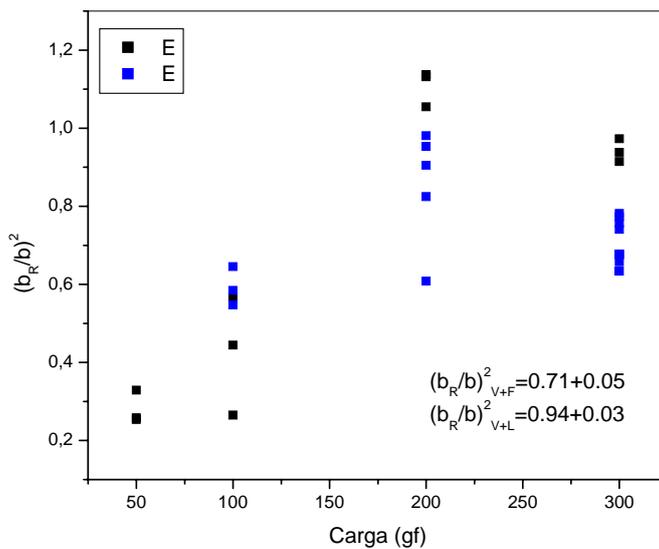


Figura 16: Valores de indentaciones Knoop

Con los valores obtenidos de dureza Knoop se obtuvieron valores de H/E para VL y VF, que utilizando los valores de dureza Vickers, nos permiten obtener los siguientes módulos de Young: 14.5 GPa para VF y 399.5 GPa para VL (Figura 17).

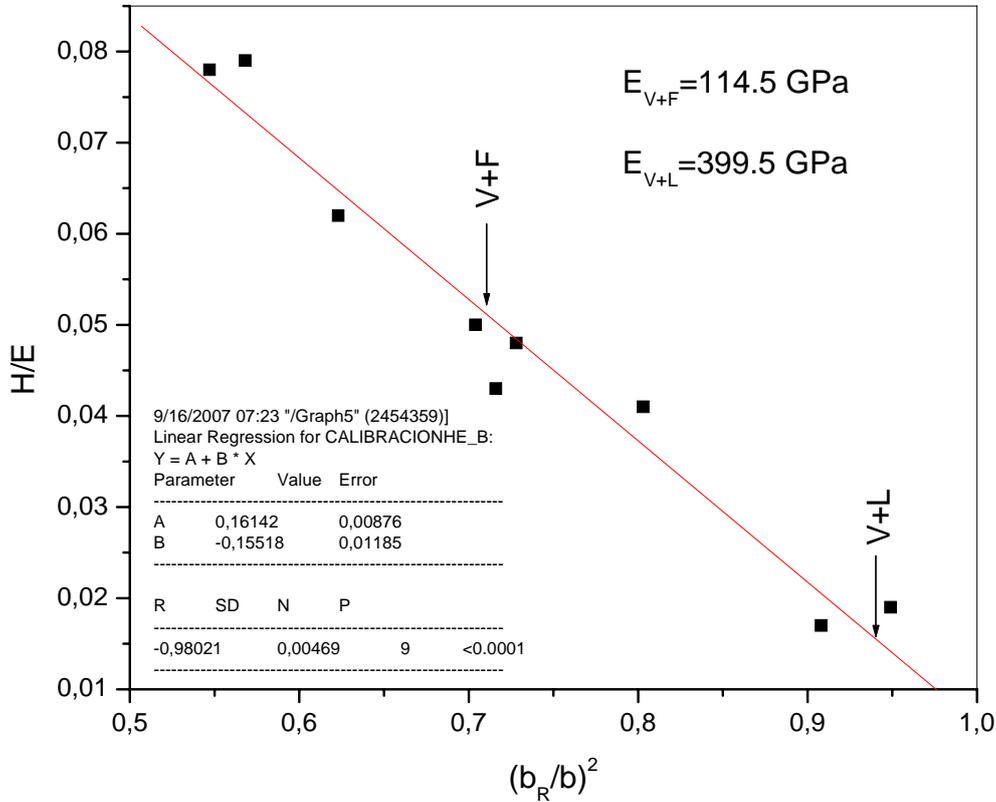


Figura 17: Valores de módulo de Young obtenidos.

Las **conclusiones** de este trabajo fueron las siguientes:

- 1) El tratamiento térmico prolongado produce la transformación total de leucita en feldespato (VF).
- 2) La cristalización de feldespato (VF) produce una matriz con propiedades mecánicas inferiores a similares temperaturas de sinterización.
- 3) Luego de el tratamiento térmico de corto tiempo (VL) se observan: mayor dureza, mayor tenacidad a la fractura, mayor módulo de Young y menor probabilidad de fractura para cargas superiores a 300g.

En forma paralela se realizaron estudios de sellado marginal con el objetivo de estudiar el comportamiento de materiales existentes y disponibles ben el mercado local para la

confección de restauraciones de inserción rígida, utilizando cementos cuya composición se basa en resinas reforzadas.

Para ello se seleccionaron 3 (tres) tipos de materiales: 2 (dos) porcelanas feldespáticas (1 convencional: Ceramco II; 1 de alto contenido en leucita: Empress, y una porcelana infiltrada que se confecciona en muñón refractario, de alto contenido en cristales de alúmina (Inceram).

En tal sentido, se seleccionaron para este trabajo 14 piezas dentarias del sector posterior (premolares y molares), recientemente extraídas por razones periodontales, cuya corona dentaria estaba libre de caries y/o restauraciones. Los dientes fueron mantenidos en solución de cloramina T al 0,5% hasta el momento de su utilización.

Sobre las mismas se realizaron el tallado cavitario correspondiente para la confección de incrustaciones de porcelana (Inlays) de Clase II con una piedra troncocónica de punta plana (Nº 171), con alta velocidad y refrigeración, respetando las siguientes características:

- Paredes Lisas.
- Paredes divergentes hacia oclusal.
- Ángulo cabo superficial de 90º sin bisel.
- Espesor de 2 mm medidos con un calibre previo impresión con resina acrílica.
- Paredes divergentes en sentido próximo – proximal.
- Ángulos redondeados.
- Pared gingival plana.

Posteriormente, se tomaron las impresiones de las piezas dentarias preparadas con silicona por adición *President* (Coltène) en dos (2) tiempos utilizando cubetas individuales. El vaciado se realizó con yeso densita tipo IV (Herpo), luego de 1 hora de tomada la impresión, obteniendo muestras de yesos individuales de cada pieza dentaria.

En el laboratorio dental se confeccionaron las restauraciones de acuerdo a las instrucciones del fabricante de cada producto comercial realizando las mismas sobre los dientes preparados en forma aleatoria. Las restauraciones se fabricaron según el siguiente cuadro, mientras las piezas dentarias eran mantenidas en saliva artificial (Solución oral NAF) a 37°C:

14 Restauraciones	4 Feldespáticas o Convencionales
	6 Empress
	4 In-Ceram

Una vez confeccionadas las restauraciones se probó su adaptación en sus respectivas cavidades y se procedió al cementado de las mismas utilizando Fillmagic Dual Cement (Vigodent). Previo a ello se acondicionaron las superficies de la siguiente forma:

- Acondicionamiento ácido de la superficie dentaria con ácido fosfórico al 37% (Ventura) durante 15 segundos.
- Lavado con agua presurizada durante 40 segundos.
- Secado con torundas de algodón para que en la dentina permanezca cierta humedad.
- Se mezclaron 1 gota de Optibond solo plus (Keer) y 1 gota de Solo Plus Activator (Keer) durante 30 segundos.
- Se pinceló la preparación cavitaria con la mezcla durante 15 segundos.
- Se aplicaron 3 segundos de aire para adelgazar el espesor del adhesivo.
- Fotopolimerización con unidad halógena (QHL 75, Dentsply) durante 20 segundos.
- Sobre la superficie interna de las restauraciones de Empress II y porcelana convencional, se utilizó FH al 10% durante 3 minutos.
- Se lavó con agua presurizada durante 1 minuto.
- El spray que eliminó el ácido grabador de la superficie cerámica fue colocado en un recipiente de plástico para ser neutralizado con bicarbonato de sodio, por su alta toxicidad.
- Sobre las restauraciones de Inceram no se realizó acondicionamiento ácido.
- Se silanizaron las superficies internas de todas las restauraciones con Porcelain Etch & Silane (Ultradent).

Luego de preparado el cemento indicado anteriormente, se pinceló con el mismo ambas superficies y se asentaron las restauraciones sobre sus respectivas preparaciones. Se eliminaron los excesos y se polimerizó con la misma unidad durante 40 segundos.

Una vez terminado el cementado de las restauraciones se procedió al sellado del foramen apical con cera rosa y esmalte para uñas.

Las muestras así preparadas fueron dejadas 15 días en saliva artificial a 37°C para ser sometidas, posteriormente a un ciclaje térmico que consistió en someter a las muestra a cambios bruscos de temperatura. Cada ciclo consistió en partir de 37°C durante 30 segundos, luego llevarlas a 80°C durante 30 segundos, luego volver a 37°C 30 segundos, posteriormente a 5°C durante 30 segundos y terminar 30 segundos a 37°C. Los ciclos realizados fueron 60 (sesenta).

El paso siguiente fue sumergir las muestras en azul de metileno al 10% durante 7 días a 37°C. Terminado este lapso de tiempo se lavaron las muestras y se cortaron longitudinalmente con un disco de diamante para observar en una lupa estereoscópica el grado de penetración del azul de metileno en las interfases restauración – cemento y cemento – diente.

Para medir el grado de penetración del colorante (grado de filtración) se utilizó una escala consistente en 4 (cuatro) grados:

- **Grado 0:** Sin filtración marginal
- **Grado 1:** Primer tercio (1/3) de la pared gingival.
- **Grado 2:** Segundo tercio (2/3) de la pared gingival.
- **Grado 3:** Tercer tercio (3/3) de la pared gingival.

Según estos criterios fue posible llegar a datos estadísticos y expresarlos mediante tablas y gráficos representativos:

incerMD	incerMM	empMD	empMM	convMD	convMM
0	3	0	1	0	0
1	3	3	1	2	0
3	3	3	1	0	1
0	3	0	1	1	1
		3	0		
		0	0		

Esta tabla expresa el grado de filtración en Iceram cemento - diente (incerMD); Iceram porcelana – cemento (incerMM); Empress cemento – diente (empMD); Empress porcelana – cemento (empMM); convencional cemento – diente (convMD); convencional porcelana – cemento (convMM).

En los gráficos (Figura 18, 19 y 20) puede observarse la diferencia de filtración en la interfase cemento – diente, que fue menor que en la de porcelana –cemento.

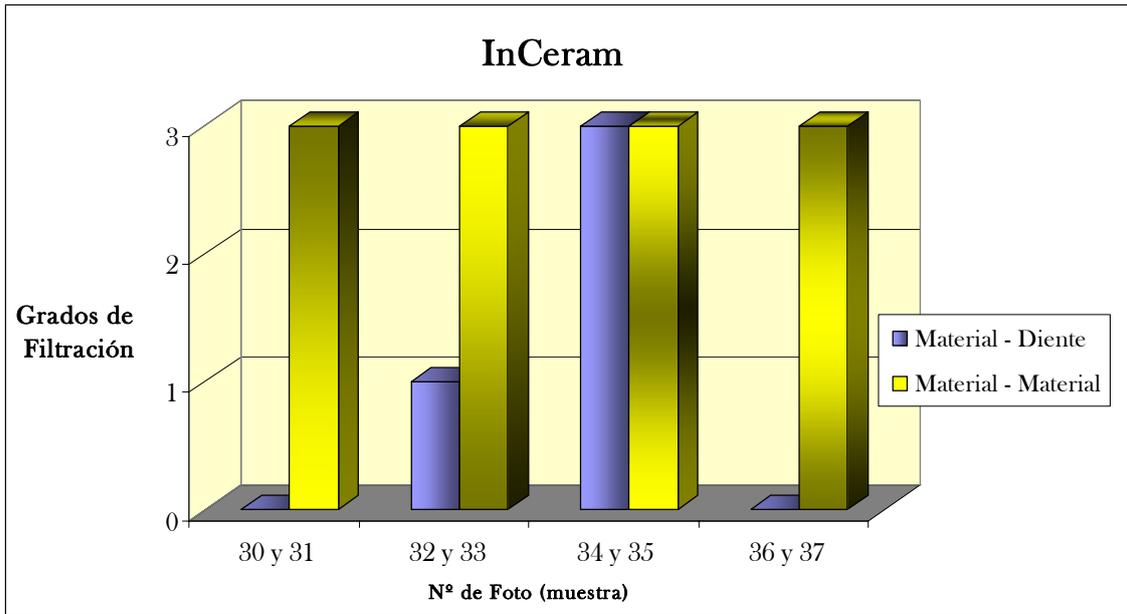


Figura 18: grado de filtración en ambas interfases para Inceram.

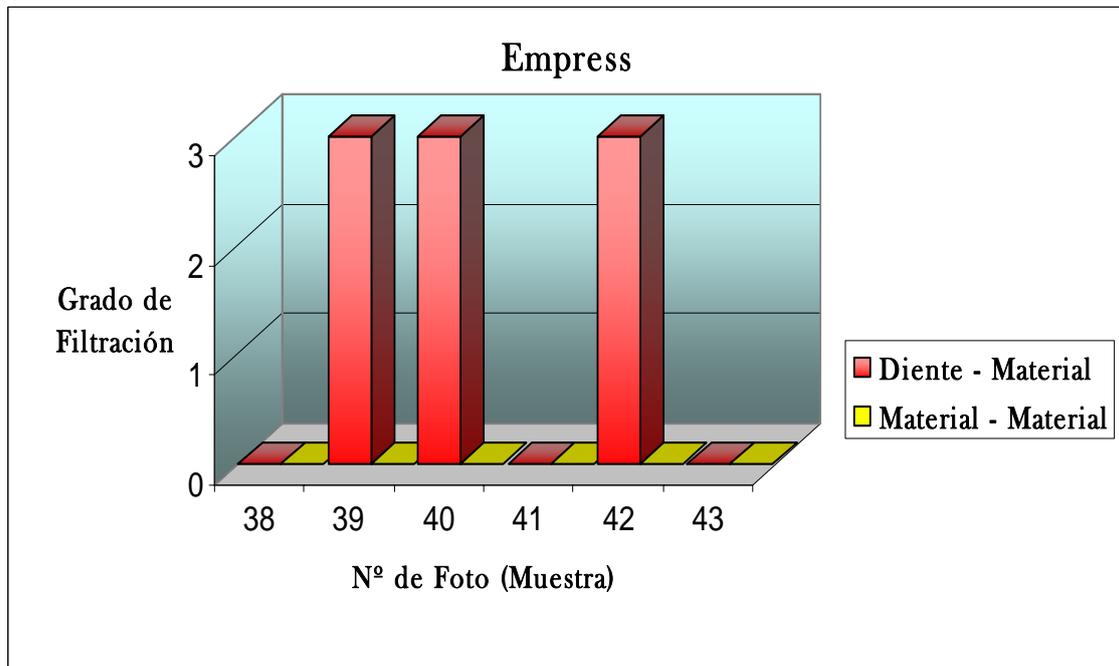


Figura 19: Grado de filtración en ambas interfases para Empress.

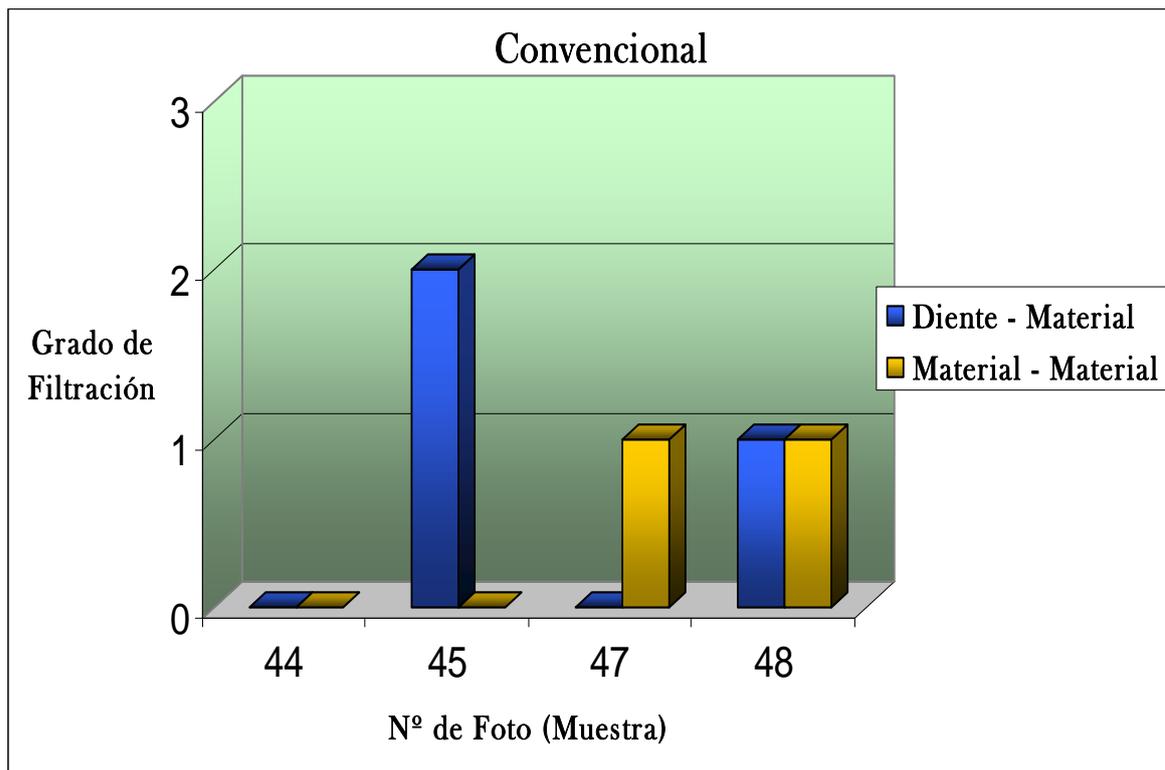


Figura 20: grado de filtración en ambas interfases con porcelana convencional.

Los análisis estadístico con la prueba de T mostraron que existen diferencias significativas ($p < 0,05$) entre las porcelana que son acondicionadas previamente con FH que las que no lo son, pero en ellas existe mucha filtración en la interfase cemento –diente, posiblemente porque al estar más adherido a la superficie cerámica, por su retención micromecánica, al contraerse el cemento se desprende más fácil del tejido dentario.

Por lo tanto se plantea un problema interesante que exige estudiar ambas superficies.

En las figuras 21, 22 y 23 se muestran fotografías de muestras evaluadas a manera de ejemplo.



Figura 21: Muestra restaurada con Empress. Obsérvese el grado de filtración por la interfase cemento –diente.

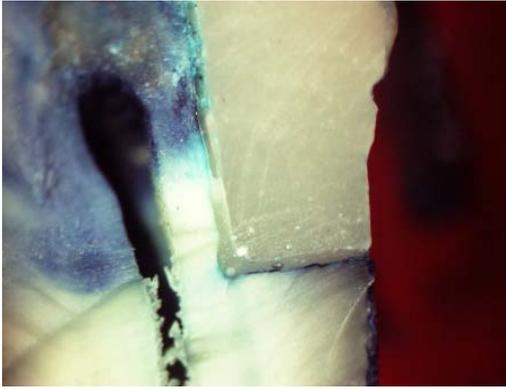


Figura 22: Muestra restaurada con porcelana convencional con comportamiento muy parecido a Empress.



Figura 23: Muestra restaurada con Inceram. Nótese que la restauración se desprendió al corte, dejando el cemento adherido al diente teñido con azul de metileno

Para intentar mejorar el problema de la adhesión de restauraciones con alto contenido de cristales, se estudiaron algunos métodos y se realizaron muchos ensayos, entre ellos el sistema Cojet (3M) consistente en partículas de alúmina revestidas de sílice, que al impactar sobre la superficie del material a 80 libras de presión, dejaría en él la suficiente cantidad de sílice para que se pueda unir químicamente al polímero (Figura 24 y 25).

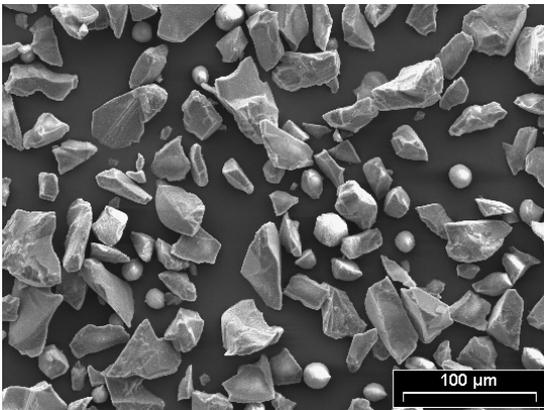


Figura 24: Fotografía al MEB del polvo de Cojet (3M)

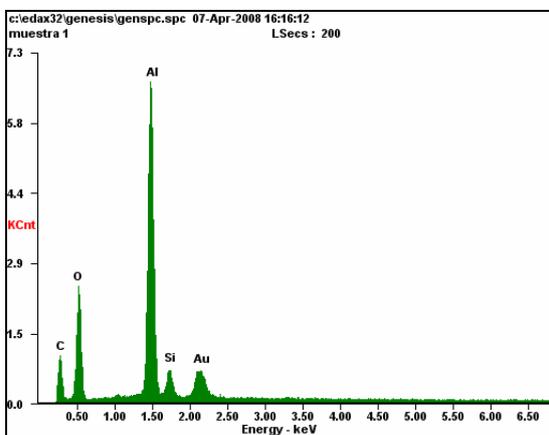


Figura 25: Composición del polveo de Cojet analizada con EDAX.

También se analizaron al MEB muestras de Inceram Alúmina e Inceram Circonia tratadas con este material y los resultados se muestran en las figuras 26 y 27.

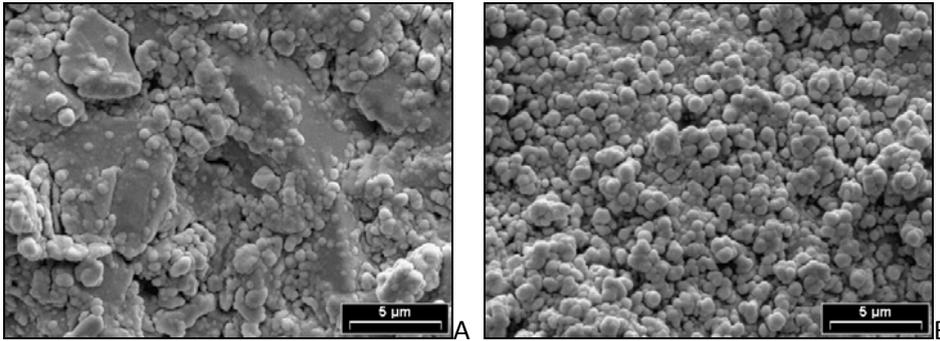


Figura 26: Alúmina sin tratar (A) y alúmina tratada con Cojet (B).

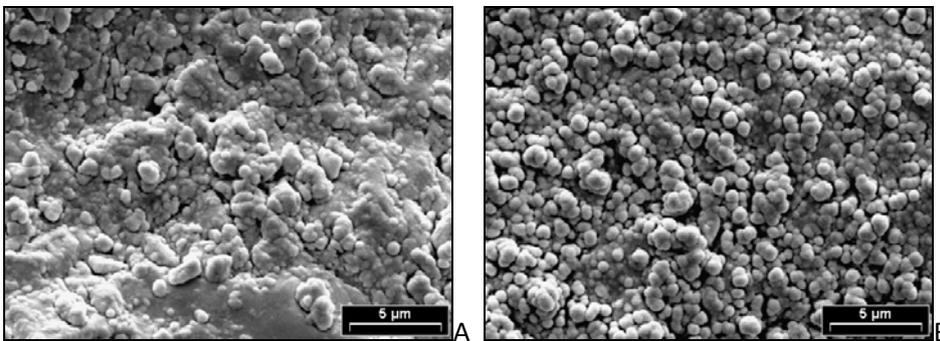


Figura 27: Circonia sin tratar (A) y circonia tratada con Cojet (B).

Como se puede observar parecería que existe alguna diferencia cuando la muestra es tratada con el producto, pero aún es necesario realizar estudios mecánicos.

Nuestro mayor avance se realizó con ensayos muy alentadores por intermedio del trabajo del tesista Pablo Bejarano que incorporamos a nuestro proyecto, bajo la dirección de nuestro Co Director, el Dr. en Física Miguel Prado y la Codirección de la Dra. Marta Barreiro (Odontóloga). Este trabajo ha sido aceptado para ser presentado en septiembre en la Sociedad Argentina de Materiales y además estamos discutiendo si conviene publicar los resultados obtenidos o esperar terminar con los trámites de patente.

Básicamente, el trabajo consiste en lo siguiente:

Método propuesto para incrementar la adherencia

A pesar que los métodos aplicados para mejorar la adherencia obtuvieron resultados positivos, los mismos resultan engorrosos de llevar a cabo en un laboratorio que se encargue de la preparación de restauraciones. En el presente trabajo se pretende mejorar la adherencia de una manera práctica y económica sin tener que usar materiales que demanden grandes inversiones sino utilizar materiales que el técnico disponga en su lugar de trabajo. Por lo tanto, en este trabajo, proponemos incrementar la adherencia atacando el problema desde el punto de vista físico y químico. Desde el punto de vista físico (mecánico) modificar la rugosidad de la superficie de la restauración que se debe adherir mediante el agregado de

microencastres, de manera de optimizar la adherencia micromecánica. Estos microencastres pueden ser *micropartículas* de polvo previamente tamizado para tener un control del tamaño o *microesferas* también de tamaño controlado, en principio se considera tamaños no mayores a los 50 μm para no interferir en el espesor del adhesivo. Dichos microencastres serán sinterizados sobre la superficie interna de la restauración sobre la cual el adhesivo actuará, de manera que no afectará la estética del producto. Desde el punto de vista químico, aunque el sustrato sobre el cual se cuál se agregarán los microencastres puede no contener átomos de silicio (generadores de radicales sobre los cuales se adhieren las resinas poliméricas) proponemos agregar microencastres cuya composición química los contenga.

Justificación desde el punto de vista químico

Debido a la forma en que los adhesivos están concebidos, la presencia de compuestos de silicio en la fase cerámica aumenta la eficiencia de los mismos ya que reaccionan con los grupos metacrilatos de la resina adhesiva por un proceso de polimerización por radicales libres (7) Por eso la necesidad que los microencastres posean una matriz vítrea silícea, el cual contiene un alto contenido de sílice. De esta manera la unión química primaria será mayor al proveer una superficie con la cual la resina pueda formar enlaces fuertes al polimerizar.

Justificación desde el punto de vista físico

En primer lugar, aumenta el área de contacto, es decir mayor superficie sobre la cual actuará el adhesivo. En segundo lugar, al polimerizar la resina las macropartículas o microesferas sinterizadas al estar encastradas sobre la superficie serán trabas para cualquier tipo de desplazamiento que una tensión externa pueda provocar.

Comprobación mediante simulaciones de las mejoras propuestas

Aunque no está concluido, está siendo realizado un análisis comparativo de las tensiones actuantes en las interfases *cerámico liso-polímero* y *cerámico con microencastres-polímero*, mediante elementos finitos. De dicho estudio se espera obtener información complementaria a la obtenida experimentalmente.

Sinterización

Sinterización por flujo viscoso

En los materiales cerámicos existen dos mecanismos de sinterización, en el caso de los cristalinos la misma se lleva a cabo por difusión atómica, la cual es de baja velocidad. Mientras que en cerámicos vítreos la sinterización predominante es por flujo viscoso. La única fuerza motriz posible para alcanzar el flujo de material requerido es la energía superficial. En un estado inicial, si se consideran 2 partículas esféricas en contacto se encontrara una contracción, densificación y eliminación de poros a una velocidad determinada por el tamaño inicial de partícula, el valor de la energía superficial y la viscosidad del vidrio. Aunque las esferas comienzan a coalescer, el cuello tiene un radio de curvatura que permanece pequeño comparado con la curvatura de la superficie de las partículas, resultando en una presión negativa que causa el flujo viscoso de material hacia la región entre las partículas. El resultado macroscópico de esta coalescencia es una contracción del polvo.

En el caso de una partícula vítrea que se constituirá en microencastre, luego de adherirse a la superficie cerámica, solo habrá flujo viscoso desde el microencastre hacia el cuello, ya que el sustrato cerámico es cristalino y además refractario. La condición entonces es que el vidrio del microencastre moje la superficie cerámica durante su formación.

Materiales y Métodos.

Materiales

Polvos considerados para fabricar los microencastres

Se usaron polvos provenientes de 2 vidrios diferentes para la fabricación de los microencastres, ellos son: polvo de **vidrio SG-7** (con el cual se realizaron las microesferas usadas en algunos experimentos) y **vidrioportaobjeto comercial**.

El **vidrio SG-7** es un vidrio aluminoborosilicáto cuya composición aproximada es:

SiO₂: 70,71 % Al₂O₃: 8,56 % MgO: 1,00 %

B₂O₃: 8,33 % Na₂O: 7,44 % CaO: 2,67 %

Y su valor de temperatura de transición vítrea (T_g) ronda los **845 K ó 572 °C**.

En cuanto al **vidrio portaobjeto**, se trata de un vidrio cuya composición aproximada es:

SiO₂: 72,20 % Al₂O₃: 1,20 % MgO: 4,30 % S₂O₃: 0,30 %

Fe₂O₃: 0,03 % Na₂O: 14,30 % CaO: 6,40 % K₂O: 1,20 %

Presentando valores de temperatura para el relevado de tensiones (*strain point*) de **513 °C** y su temperatura de ablandamiento para el cual el vidrio fluye por su propio peso (*softening point*) de **720°C**.

En una primera etapa se uso como sustrato, para sinterizar partículas o microesferas y generar los microencastres, vidrio portaobjeto comercial cuya composición química se detalló anteriormente.

El adhesivo usado en la preparación de probetas es el cemento definitivo de resina autoadhesiva universal RelyX U100 fabricado por 3M ESPE. Dicho cemento contiene (meta) acrilatos bifuncionales con un porcentaje de relleno inorgánico de aproximadamente 70% en peso, el tamaño de partícula usado como relleno es de 12,5 μm . La presentación del mismo en dos pastas (pasta base y pasta catalizador) las cuales una vez mezcladas en forma homogénea para minimizar la presencia de burbujas durante un periodo de 20 segundos debe ser fotopolimerizado también durante 20 segundos. El tiempo de polimerización total de la resina se estima en 5 minutos.

Preparación de los microencastres: dispersión de las partículas de polvo y sinterizado.

Se como la mejor forma para depositar las partículas o las esferas sobre el sustrato la siguiente metodología:

Preparar solución con la siguiente composición:

· **3 ml** de solución de PVB al 3% en ácido isopropílico

· **5 gotas** de azul de metileno diluido con alcohol etílico

Agregar a esa solución aproximadamente **150 mg** de partículas o microesferas. Dicha mezcla sirvió para depositar partículas en forma más o menos homogénea en un área de aproximadamente **55 cm²**, el área de 4 vidrios portaobjetos (con un extremo esmerilado).

El resultado de esta dispersión eran pequeños conglomerados de pocas partículas distribuidos de manera uniforme sobre la superficie, no así en los bordes de los mismos. Esto último en principio fue un inconveniente, ya que las probetas eran cortadas en su tamaño final de uso y luego se depositaban las partículas sobre ellas dejando una zona representativa de las mismas sin microencastres. Luego se optó por depositar las partículas directamente sobre el vidrio portaobjeto y una vez sinterizadas se procedía al corte de las probetas.

Ciclos térmicos

Se probaron distintos ciclos térmicos con el fin de obtener un cuello de sinterización resistente. Cuando las composiciones químicas del sustrato y los microencastres eran diferentes, estos presentaban temperaturas de transición vítrea y propiedades físicas dispares, que dificultan en la práctica llegar a obtener dichos cuellos. También esta diferencia produjo que en los pocos sitios donde hubo interacción entre partícula y vidrio portaobjeto se produjeran fisuras al enfriarse, aun cuando dicho enfriamiento sea controlado.

Preparación e inclusión de las probetas.

Las probetas que luego se ensayaron en un dispositivo acoplado a una máquina de ensayos universal se prepararon de manera sistemática una vez sinterizado las partículas sobre el sustrato. El procedimiento consistió un primer lugar en cortar el vidrio sobre el cual se había sinterizado partículas; dichos vidrio fueron cortados en dos tamaños diferentes:

- Cuadrados de 10 mm x 10 mm
- Cuadrados de 7 mm x 7 mm

Luego se procedía al pegado de ambos con sus respectivas caras cuyas superficies habían sido modificadas enfrentadas. El grosor de la capa del adhesivo entre ambos sustratos es importante, debido a que el mismo actuará como un sistema amortiguador cuando la resina comience a polimerizar y sufra un proceso de contracción. Por tal motivo y con el fin de poder comparar mediciones el espesor de cemento fue controlado por un sistema construido en la Div. Materiales Nucleares. Dicho sistema consiste en un micrómetro posicionado verticalmente cuyo punto fijo y cuyo eje móvil tienen una abertura en la cual se realiza vacío, lo suficientemente fuerte para sostener ambos cuadrados de vidrio y poder depositar el adhesivo sobre uno de ellos. Una vez que el adhesivo está distribuido sobre la superficie del vidrio se procede a acercar el eje móvil hasta una posición en la cual el adhesivo tiene un espesor de aproximadamente 150 μm . Esta magnitud es medida usando como referencia un punto tomado con ambos cuadrados de sustrato en contacto antes de preparar la resina.

Posteriormente se procede a la inclusión de las probetas con resina epoxy (POXIPOL) en anillos de acero inoxidable los cuales serán colocados en la máquina de ensayos universal y se les aplicarán cargas. La inclusión consiste en dejar el cuadrado de 7 mm x 7 mm sobresaliendo mientras que el otro sumergido en la resina epoxy.

Ensayos mecánicos

Debido a que estamos interesados en evaluar la adherencia de la superficie cerámica al polímero, se diseñó un experimento de medición tomando como referencia el

realizado por Madani et al. Pero utilizando las probetas anteriormente descritas las cuales pueden pensarse como un sándwich cerámico-polímero-cerámico, que presenta dos interfases equivalentes. Los anillos de acero con las probetas se colocaron en un dispositivo el cual constaba de dos partes principales:

Una sobre la cual mediante tornillos el anillo era fijado al cabezal fijo de la maquina de ensayos, de manera que sobresalga la parte de la probeta que no esta sumergida.

Otra que esta acoplada al cabezal móvil, con una cuchilla en su extremo. Esta cuchilla es la que ejercerá fuerza sobre un costado del cuadrado sobresaliente. Sometiendo la probeta a un esfuerzo fundamentalmente de corte hasta que se produzca el despegue en la interfase cerámicoadhesivo.



Figura 28: Forma en que quedan adherida las muestras.

Ensayos mecánicos:

Debido a que estamos interesados en evaluar la adherencia de la superficie cerámica al polímero, se diseñó un experimento de medición tomando como referencia el realizado por Madani et al. Pero utilizando las probetas anteriormente descritas las cuales pueden pensarse como un sándwich cerámico-polímero-cerámico, que presenta dos interfases equivalentes. Los anillos de acero con las probetas se colocaron en un dispositivo el cual constaba de dos partes principales:

Una sobre la cual mediante tornillos el anillo era fijado al cabezal fijo de la maquina de ensayos, de manera que sobresalga la parte de la probeta que no esta sumergida en la resina epóxy.

Otra que esta acoplada al cabezal móvil, con una cuchilla en su extremo. Esta cuchilla es la que ejercerá fuerza sobre un costado del cuadrado sobresaliente. Sometiendo la probeta a un esfuerzo fundamentalmente de corte hasta que se produzca el despegue en la interfase cerámicoadhesivo.

Dado que la separación entre la cara interior de la cuchilla y la superficie vidrio-polímero izquierda se fijó en poco mas de **150** micrones y que el espesor del pegamento se fijó en **150** micrones en un principio (sin considerar la contracción por la polimerización de la resina), hay una componente de flexión en la fuerza aplicada, que

por ahora consideraremos despreciable. De los cálculos por elementos finitos se evaluará esta componente. Las condiciones ambientales de los ensayos fueron temperatura ambiente y presión atmosférica; y la velocidad del cabezal fue de **1 mm por minuto**. La adquisición de datos fue de **uno cada 100 ms**.

Análisis de datos

De los ensayos realizados interesan tres valores que de las curvas tensión-deformación se pueden obtener, ellos son:

_ *Tensión máxima de despegue*, este es un valor de la resistencia máxima que tiene la interfase cerámicoadhesivo y se espera que su aumento sea el mayor de todos con la incorporación de microencastres.

_ *Área bajo la curva hasta la tensión máxima*, representa el trabajo sobre las probetas que se ejerce hasta que las mismas se despeguen. Es la energía que las mismas absorberán ante una sollicitación por parte de la cuchilla del dispositivo y también se espera un aumento significativo.

_ *Pendiente de la zona elástica de la curva*, en este caso es un valor que representa el módulo de corte en la zona interfacial. Un aumento de dicho valor también representara que para mismos desplazamientos las tensiones máximas sean mayores.

Resultados:

_ *Vidrio portaobjeto más partículas vidrio SG7*; en este caso, se intentó sinterizar con temperaturas desde los 660°C en pasos de 20°C hasta los 720°C, esta última temperatura llegando a deformar el vidrio portaobjeto, sin producir una sinterización exitosa, sino solo casos aislados. Las probetas en este caso fueron realizadas con vidrio sinterizado a 680°C durante 2 horas.

_ *Vidrio portaobjeto más microesferas de vidrio SG7*; también los intentos de sinterización fueron negativos observándose que se presentaban fisuras; razón por la cual se decidió usar un fundente apropiado como lo es el tetraborato de sodio. Esto en principio mostraba una gran interacción entre ambos vidrios más el vidrio que forma el tetraborato. Pero luego de un lavado de las muestras en agua hirviendo se comprobó que dicho vidrio era soluble lo cual en una aplicación real no es deseable. Y también se vio que realmente no hubo formación de cuello sino un ablandamiento excesivo de la superficie del vidrio portaobjeto lo que provoco que las microesferas se hundiesen. Finalmente las probetas correspondieron a una temperatura de sinterizado de 680°C por 3 horas.

_ *Vidrio portaobjeto más polvo de vidrio portaobjeto*; este caso presento los mejores resultados de formación de cuello. Al tratarse de vidrios de la misma composición ambos presentan una misma temperatura de sinterización lo cual presento una clara ventaja respecto de los dos casos anteriores. También se observo que a temperaturas de sinterización usadas anteriormente la misma era muy marcada, provocando que el efecto de generar microencastres se perdiese; razón por la cual se decidió bajar dicha temperatura a 640°C, y luego de probar con diferentes tiempos se fijo como optimo el valor de 5 horas.

Como se detalló en la sección ciclos térmicos, se trabajaron fundamentalmente con tres casos, con los cuales se realizaron probetas. Dichas probetas fueron ensayadas,

comparadas entre sí y con probetas realizadas con vidrio portaobjeto sin tratamiento de modificación superficial (sin microencastres).

Los ensayos sobre 20 a 30 probetas del tipo *vidrio de portaobjeto solo, con encastres producidos con polvo de vidrio SG7, con encastres producidos con microesferas con fundente y con encastres producidos con polvo del mismo vidrio.*

Recién hubo un cambio visible cuando se ensayaron las probetas en las cuales se había depositado polvo de vidrio de la misma composición sobre aquel en el que se sinterizaron. Además en dichas mediciones se registraron grandes valores de fuerza aplicada que indicaban una adhesión mucho más resistente al esfuerzo de corte. Cabe destacar que los valores podrían haber sido mayores pero ocurrió que la fuerza era lo suficientemente grande para astillar el vidrio portaobjeto, con lo cual el ensayo era detenido. También puede notarse que la moda se encuentra en -3 MPa, un valor aun menor al vidrio sin tratamiento; esto último se estima que sucedió debido a que la sinterización de SG7 no fue llevada con éxito, disminuyendo el área de pegado.

Al igual que lo comentado anteriormente, la tendencia se modifica cuando las probetas fueron aquellas en las cuales se sinterizaron vidrios de una misma composición; aunque el valor mas repetido sigue siendo el mismo para todos los casos, se observa un marcado crecimiento de valores de la Tensión Máxima de Despegue, que implican mayor energía en el sistema. Esto último favorece la hipótesis que los microencastres ayudaran a incrementar la adherencia. Por otro lado, también se deduce que dicha energía extra fue absorbida por los cuellos de sinterización generados luego del ciclo térmico; no así en los casos en que se intento unir materiales de diferentes composiciones.

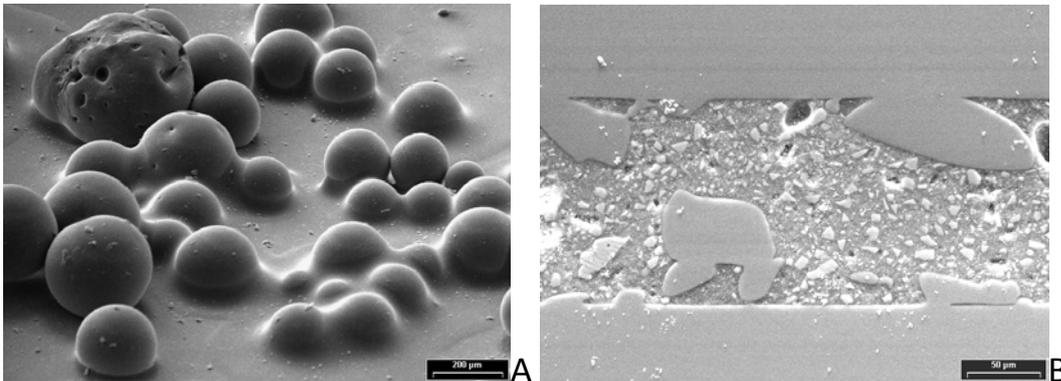


Figura 29: En A se observan las microesferas sinterizadas sobre un vidrio, mientras que en B podemos distinguir las dos superficies vítreas, los microencastres y el cemento en la parte media.

Conclusiones preliminares

- 1) Es posible generar microencastres en una superficie cerámica mediante la deposición de micropartículas y posterior sinterizado parcial de las mismas.
- 2) Microencastres con **diferentes propiedades térmicas al del sustrato** pueden presentar fisuras en su unión aun cuando las velocidades de enfriamiento sean

controladas luego de un ciclo térmico en el cual se llevó a cabo la sinterización. Las diferencias en las composiciones hace que el comportamiento físico de estos microencastres sea dispar, generando tensiones durante el enfriamiento.

3) Microencastres con la **misma composición que el sustrato** presentan una mejora en los tres parámetros estudiados, que son la **resistencia máxima**, la **energía absorbida para despegarse** y el **módulo de corte**. Inclusive en las pruebas rompían primero los vidrios antes que se despegase en la interfase cerámico-adhesivo, dejando en claro que en la interfase se generaron enlaces fuertes, tanto químicos como físicos.

4) En cuanto a la densidad de microencastres, aun no fue realizado un análisis en profundidad. Pero puede determinarse provisoriamente considerando que la totalidad de las partículas son depositadas sobre la superficie y considerando un tamaño medio de las mismas en una distribución homogénea sobre el sustrato.

5) El análisis estadístico de los valores obtenidos muestra que con un número mayor de muestras los valores medios estarían más acotados, caso que ahora no sucede. Pero también cabe destacar que la preparación de muestras no es reproducible en un 100%, y siempre existirán variaciones aun en los mismos lotes de muestras.

6) El método propuesto para evaluar la adherencia cerámico-polímero fue probado en forma satisfactoria en esta primer etapa, restando analizar la factibilidad de realizarlo en materiales cerámicos de uso dental como alúmina y zirconia.

7) Esta propuesta para mejorar la adherencia cerámico-polímero, puede ser aplicada a otros pares de materiales.

FORMACIÓN DE RECURSOS HUMANOS:

Este proyecto fue muy útil para la interacción multidisciplinaria, en la cual pudo desarrollar sus tesis de Doctorado el tesista Pablo Bejarano.

Por otro lado fue muy importante el aporte de profesionales jóvenes que hacían sus primeros aportes en investigación: uno de ellos (Od. Gabriela Donna) alcanzó los méritos suficientes para codirigir el proyecto que se presenta en esta convocatoria, quien además ya recibió un subsidio para dirigir un proyecto evaluado por pares de la Facultad de Odontología de la UNCuyo.

Es un caso semejante el del Od. Carlos Platero quien sigue formando parte de nuestro equipo de investigación.

TRANSFERENCIA:

Barreiro MM, Fernandez A., Rodriguez D., Guraya M., Prado M.O. Porcelanas de recubrimiento: microfisuras limiantes de su desempeño mecánico. XXL Reunión Anual de la Sociedad Argentina de Investigación Odontológica, 18-20 de octubre de 2007, Mar del Plata, Argentina.

Fernández, Alejandro, exposición del Programa “Materiales cerámicos funcionales: aplicaciones en salud y energía”, el 12 de octubre de 2007 en las I Jornadas de Programas de Investigación y Desarrollo de la Universidad Nacional de Cuyo.

Fernández, Alejandro, conferencia: “Restauraciones Estéticas en el Sector Anterior y Posterior” de 8 horas de duración, en la II Jornadas de Actualización para Egresados Jóvenes de la F.O.U.N.T., organizadas por la Facultad de Odontología de la Universidad Nacional de Tucumán, 1 de diciembre de 2007.

Fernández, Alejandro, dictante de conferencia en las I Jornadas Mendocinas de Asistentes Dentales y Auxiliares en Odontología, realizadas en la Facultad de Odontología de la Universidad Nacional de Cuyo, 4 de abril de 2008.

Fernández, Alejandro, Conferencista invitado a las Jornadas ACTO 2008 (sociedad de Operatoria Dental y Materiales Dentales, seccional de la AOA, 2008.

Fernández, Alejandro, Asistente: XL Reunión Anual de la Sociedad Argentina de Investigación Odontológica, 2007.

Fernández, Alejandro, Asistente e integrante de la Comisión Científica: IV Jornadas de Investigación de la Facultad de Odontología de la UNCuyo, 2007.

Fernández, Alejandro, Pnelista y asistente: Mesa redonda de Odontología con el tema “Mantenimiento de la forma anatómica de las restauraciones”, en el XLV Congreso Argentino de Anatomía Normal, Mendoza, 2008.

Fernández, A; Prado, M; Barreiro M; Guraya, M; Rodríguez, D; Platero, C; Donna, MG: panelistas y asistentes a las XXI Jornadas de Investigación y III Jornadas de Postgrado de la UNCuyo, con el trabajo: “Vitrocerámicos de usos Odontológico”, 2008.

Fernández, Alejandro, Dictante: curso PRECAP DE ACTUALIZACIÓN EN OPERATORIA DENTAL. NIVEL II, de 4 horas en Departamento de Odontología de Mendoza, 2008.

Fernández, Alejandro, Panelista: Mesa Redonda Vitrocerámicos de uso odontológico, en el Congreso Latinoamericano de Ingeniería y Ciencias Aplicadas, San Rafael, Mendoza, 2009.

Fernández, Alejandro; Alvo, Carlos: Incrustación a perno en porcelana convencional libre de metal con control a distancia. Revista científica Fórmula Odontológica (Ecuador) 6(2), 2008.

Pasantías de investigadores:

Marta Barreiro, 8 de marzo a 8 de abril del 2008, pasantía en el laboratorio de Materiales Nucleares del Centro Atómico Bariloche.

Fernández, Alejandro, 3 al 8 de noviembre de 2008, pasantía en el laboratorio de Materiales Nucleares del Centro Atómico Bariloche.

Donna, María Gabriela, 3 al 8 de noviembre de 2008, pasantía en el laboratorio de Materiales Nucleares del Centro Atómico Bariloche.

Platero, Carlos, 3 al 8 de noviembre de 2008, pasantía en el laboratorio de Materiales Nucleares del Centro Atómico Bariloche.

Datos de valor:

Para este grupo de trabajo fue muy bueno interactuar entre profesionales de ramas distintas de la investigación. La riqueza y crecimiento logrado por cada uno de los integrantes del proyecto nos permite tener el interés intacto por continuar trabajando juntos en este tema, en el que aún quedan muchas cosas por descubrir.

Por estos motivos y por todos los resultados obtenidos es que se pretende aspirar a dos nuevos proyectos, aumentando el equipo de trabajo: un trabajo dirigido por los investigadores del Instituto Balseiro con la colaboración nuestra (Facultad de Odontología) y un proyecto dirigido por investigadores de la Facultad de Odontología con la colaboración del Instituto Balseiro.